

VŠB – Technická univerzita Ostrava
Fakulta strojní
Katedra mechanické technologie

**Studium povrchu substrátu pro kontakt
s biologickým prostředím**

Study of Surface Substrate for Contact with Biological
Environment

Student:
Vedoucí diplomové práce:

Lukáš Zlý
Doc. Ing. Jitka Podjuklová, CSc

Ostrava 2010

Zadání diplomové práce

Student: **Bc. Lukáš Zlý**
Studijní program: N2301 Strojní inženýrství
Studijní obor: 2303T002 Strojírenská technologie
Téma: **Studium povrchu substrátu pro kontakt s biologickým prostředím**
Study of Surface Substrate for Contact with Biological Environment

Zásady pro vypracování:

1. Prostudujte vlastnosti substrátu vhodného pro kontakt s biologickým prostředím.
2. Prostudujte děje probíhající na povrchu substrátu v kontaktu s biologickým prostředím.
3. Navrhněte metodiku experimentálních prací.
4. Proveďte experimentální zkoušky a jejich vyhodnocení.
5. Zpracujte technickou zprávu v rozsahu 30 - 35 stran.

Seznam doporučené odborné literatury:


PODJUKLOVÁ, J.: *Speciální technologie povrchových úprav I.* Učební texty VŠB – TU Ostrava, 1994.
1. vydání. 71 s. ISBN 80-7078-235-8.
BOUŠE, V. a kol: *Smalty a jejich použití v protikorozi ochraně.* SNTL, Praha, 1986. 216 s.
Vyhláška 38/2001 Sb., 186/2003 Sb., Vyhláška Ministerstva zdravotnictví o hygienických požadavcích na výrobky určené pro styk s potravinami a pokrm.

Formální náležitosti a rozsah diplomové práce stanoví pokyny pro vypracování zveřejněné na webových stránkách fakulty.


Vedoucí diplomové práce: **doc. Ing. Jitka Podjuklová, CSc.**

Datum zadání: 18.12.2009

Datum odevzdání: 21.05.2010


prof. Ing. Jiří Hrubý, CSc.
vedoucí katedry





prof. Ing. Radim Farana, CSc.
děkan fakulty

Prohlášení studenta

Prohlašuji, že jsem celou bakalářskou práci včetně příloh vypracoval samostatně pod vedením vedoucího diplomové práce a uvedl jsem všechny použité podklady a literaturu.

V Ostravě 21.5.2010


Lukáš Zlý

Prohlášení studenta

Prohlašuji, že:

- jsem byl seznámen s tím, že na moji bakalářskou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb. - autorský zákon, zejména §35 - užití díla v rámci občanských a náboženských obřadů, v rámci školních představení a užití díla školního a §60 - školní dílo.
- beru na vědomí, že Vysoká škola báňská - Technická univerzita Ostrava (dále jen VŠB - TUO) má právo nevýdělečně ke své vnitřní potřebě bakalářskou práci užít (§35 odst. 3).
- souhlasím s tím, že jeden výtisk bakalářské práce bude uložen v Ústřední knihovně VŠB - TUO k prezenčnímu nahlédnutí a jeden výtisk bude uložen u vedoucího bakalářské práce. Souhlasím s tím, že údaje o bakalářské práci, obsažené v Záznamu o závěrečné práci, umístěném v příloze mé bakalářské práce, budou zveřejněny v informačním systému VŠB - TUO.
- bylo sjednáno, že s VŠB - TUO, v případě zájmu z její strany, uzavřu licenční smlouvu s oprávněním užít dílo v rozsahu §12 odst. 4 autorského zákona.
- bylo sjednáno, že užít své dílo - bakalářskou práci nebo poskytnou licenci k jejímu využití mohu jen se souhlasem VŠB - TUO, která je oprávněna v takovém případě ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, které byly VŠB - TUO na vytvoření díla vynaloženy (až do jejich skutečné výše).
- beru na vědomí, že odevzdáním své práce souhlasím se zveřejněním své práce podle zákona č. 111/1998 Sb., o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (zákon o vysokých školách), ve znění pozdějších předpisů bez ohledu na výsledek její obhajoby.

V Ostravě ..21.5.2010

.....


Lukáš Zlý

Adresa trvalého pobytu bakaláře: **Lukáš Zlý**
Horní Bludovice č. 361
739 37 Karviná

ANOTACE

ZLÝ, L. Studium povrchu substrátu pro kontakt s biologickým prostředím.

VŠB-Technická univerzita Ostrava 2010, 95 s

Katedra mechanické technologie, Fakulta strojní

Diplomová práce, vedoucí diplomové práce: doc. Ing. Jitka Podjuklová, CSc.

Diplomová práce se zabývá studiem vhodné smaltéřské suspenze, která po svém nanesení na základní materiál a následným vypálením vytvoří na svém povrchu vhodné bioaktivní podmínky podporující kultivaci nanesené buněčné kultury. Tato práce rovněž dokazuje, že směr výzkumu sklokeramických povlaků na bioinertních materiálech, je správný. K tomu, aby se na povrchu nejen udržely, ale i hojně množily buněčné kultury je sklokeramika materiál s velkým potenciálem.

ANNOTATION

ZLÝ, L. Study of Surface Substrate for Contact with Biological Environment

VŠB Technical University of Ostrava 2010, 95 s

Department of Mechanical Technology, Faculty of Mechanical Engineering

Diploma Work, Advisor Diploma Work: doc. Ing. Jitka Podjuklová, CSc.

Graduation theses is concerned with study of suitable enamel suspension which creates acceptable bio-active conditions supporting cultivation of cell culture after striking on basic material and subsequent burn. This work also demonstrates that the direction of research of glass-ceramic coatings on bio inert materials is correct. For the purpose not only to maintain on the surface, but also to proliferate the cell cultures, is the glass-ceramics material with the great potential.

Seznam zkratek

Značení	Název a jednotka
<i>Ti</i>	titan
<i>Al</i>	hliník
<i>V</i>	vanad
<i>E</i>	Youngův modul pružnosti v tahu [MPa]
<i>Nb</i>	niob
<i>Ta</i>	tantal
<i>Zr</i>	zirkon
<i>Hf</i>	hafnium
<i>Mo</i>	molibden
<i>Sn</i>	cín
<i>Cl</i>	chlor
<i>O</i>	kyslík
<i>N</i>	dušík
<i>C</i>	uhlík
<i>Cr</i>	chrom
<i>Mn</i>	mangan
<i>Fe</i>	železo
<i>Ni</i>	nikl
<i>Cu</i>	měď
<i>Si</i>	křemík
<i>Ag</i>	stříbro
<i>Au</i>	zlato
<i>Pb</i>	olovo
<i>Co</i>	kobalt
σ	napětí [MPa]
ε	poměrné prodloužení [MPa]
<i>Ag</i>	stříbro
<i>eV</i>	elektronvolt [J]
λ_s	filtr definující rozhraní mezi drsností a krátkovlnnými složkami [mm]
λ_c	filtr určující rozhraní mezi složkami drsnosti a vlnitosti [mm]
λ_f	filtr určující rozhraní mezi vlnitostí a delšími složkami přítomnými na povrchu [mm]
<i>Ra</i>	střední aritmetická úchylka profilu [μm]
<i>lr</i>	základní délka [mm]
<i>Rz</i>	největší výška profilu [μm]
<i>Zp</i>	výška výstupku profilu [μm]
<i>Zv</i>	hloubka prohlubně profilu [μm]
<i>Rp</i>	největší výška výstupku profilu [μm]
<i>Rv</i>	největší hloubka prohlubně profilu [μm]
<i>Rq</i>	průměrná kvadratická úchylka profilu [μm]
<i>Rsk</i>	šikmost posuzovaného profilu [μm]
<i>Rku</i>	špičatost posuzovaného profilu [μm]
<i>Rlo</i>	rozvinutá délka profilu [μm]
<i>Z(x)</i>	pořadnice [μm]
σ	povrchové napětí [mN/m]

I.....index bioactivity
pHstupnice kyselosti a zásaditosti
T.....teplota [°C]

Úvod.....	10
1 Titan a jeho slitiny pro medicínské využití.....	11
1.1 Historie:	11
1.2 Čistý titan a jeho vlastnosti:	11
1.3 Slitiny titanu:.....	13
1.4 Biokompatibilita titanových slitin v medicíně:.....	15
1.4.1 Hlavní biokompatibilní legující prvky titanu:	15
1.4.2 Biomechanická kompatibilita:	15
2 Pozorování povrchu a zjišťování chemického složení materiálů skenovacím elektronovým mikroskopem	17
3 Drsnost	19
3.1 Drsnost povrchu – základní pojmy.....	20
3.1.1 Střední aritmetická úchylka profilu Ra.....	20
3.1.2 Největší výška profilu Rz	21
3.1.3 Průměrná kvadratická úchylka profilu Rq [μm]	22
3.1.4 Šikmost posuzovaného profilu Rsk [-]	22
3.1.5 Špičatost posuzovaného profilu Rku [-]	22
3.1.6 Rozvinutá délka profilu lo [mm].....	22
3.1.7 Filtrace profilu.....	23
3.2 Metody měření drsnosti povrchu	23
3.3 Změna drsnosti povrchu	24
4 Odmašťování kovů před aplikací smaltového povlaku	25
5 Měření povrchového napětí testovacími inkousty	26
6 Smalty	27
6.1 Podkladové materiály pro smaltování	28
6.2 Výroba sklovitého smaltového povlaku	28
6.3 Nanášení smaltového povlaku	29
6.4 Sušení smaltéřské suspenze	29
6.5 Vypalování smaltů.....	30
6.6 Fyzikálně – chemické procesy mezi kovem a sklovitým materiálem ..	30
7 Zjišťování tloušťky smaltového povlaku	31
8 Klasifikace materiálů.....	32
8.1 Biokompatibilita.....	34
9 Bioaktivní materiály	35
9.1 Bioaktivní titan (3)	37
10 Kostní tkáň.....	40
10.1 Buněčné dělení	42
10.2 Stavba buňky.....	45
10.2.1 Osidlování povrchu buňkami	46
11 Titan v dentální implantologii.....	47
12 Metodika experimentálních prací	50
12.1 Odmašťování zkušebních vzorků.....	50

12.2	Měření povrchového napětí	51
12.3	Povrch a chemie vzorků implantátů	52
12.3.1	Implantát Ti (ISO 5832-2) broušený, kartáčovaný	52
12.3.2	Implantát Ti6Al4V (ISO 5832-2) vyrobeno z kulatiny, bez povrchových úprav	58
12.4	Měření drsnosti	65
12.4.1	Drsnost základních materiálů	65
12.5	Drsnost vypálené vrstvy smaltu	68
12.6	Měření tloušťky smaltového povlaku	73
12.7	Rozmnožování buněk na povrchu zkoumaných smaltů	75
12.7.1	Smalt základní klasický jíl 6%, smalt krycí klasický jíl 8%, Ti6Al4V	76
12.7.2	Smalt zákl. jemný jíl (F) 3%, smalt krycí jemný jíl(F) 6%, Ti6Al4V	77
12.7.3	Smalt základní, klasický jíl 6%, Ti6Al4V	78
12.7.4	Smalt základní, kaolin T3 6%, Ti6Al4V	79
12.7.5	Smalt základní kaolin T3 6%, smalt krycí kaolin T3 8%, Ti6Al4V	80
12.7.6	Smalt základní kaolin T4 6%, Ti6Al4V	81
12.7.7	Smalt základní kaolin T4 6%, smalt krycí kaolin T4 8%,Ti6Al4V	82
12.7.8	Smalt základní jemný jíl (F) 3%, Ti6Al4V	83
12.7.9	Smalt základní, klasický jíl 6%, Ti	84
12.7.10	Smalt základní klasický jíl 6%, smalt krycí klasický jíl 8%, Ti	85
12.7.11	Smalt základní jemný jíl (F) 3%, smalt krycí, jíl jemný(F)6%, Ti	86
12.7.12	Smalt základní, kaolin T3 6%, Ti.....	87
12.7.13	Smalt základní kaolin T3 6%, smalt krycí kaolin T3 8%, Ti	88
12.7.14	Smalt základní kaolin T4 6%, smalt krycí kaolin T4 8%, Ti	89
12.7.15	Smalt základní jemný jíl (F) 3%, Ti	90
12.7.16	Smalt základní kaolin T4 6%, Ti	91
13	Závěr	92

Úvod

Dentální implantologie je poměrně nový, rychle se rozvíjející obor, zabývající se zavedením biokompatibilního materiálu do čelistní kosti, a to bez imunologických aktivit tělního obranného systému vůči tomuto cizímu předmětu implantovaného v lidském těle.

Snaha o rekonstrukci chrupu je stará několik tisíc let. První archeologické nálezy zaznamenávající první pokusy s cílem nahradit chybějící zuby pocházejí z dob starého Egypta a doby předkolonizační středoamerického regionu Evropy.

V dnešní době se pro výrobu zubních implantátů nejčastěji používá titan a jeho slitiny. Nevýhodou tohoto materiálu je, že se jedná o prvek bioinertní, tudíž je pro tkáň plně akceptovatelný, ale při vhojování nedochází k vytvoření spojovací vazivové vrstvy na hraniční ploše mezi kostí a implantátem.

Cílem této diplomové práce je zajistit biokompatibilitu titanu a jeho slitin vhodnou povrchovou úpravou. Jako bioaktivní prvek se zvolila sklokeramika, a to z důvodu toho, že sklokeramika patří do skupiny vysoce bioaktivních materiálů, avšak využití tohoto materiálu pro medicínské účely je zatím ještě na experimentální úrovni.

Hlavní tezí této práce je zvolit takové množství přísad přidávajících se do smaltérské suspenze, aby po vypálení vznikla sklokeramika umožňující zkoumat hlavní znaky bioaktivity. Těmito znaky se rozumí, nanesení buněčné kultury na předem vypálený posmaltovaný vzorek, ve sterilně čistém prostředí, nechat buňky samovolně rozmnožovat a posléze hodnotit uchycení, velikost a schopnost množení se buněčné kultury na povrchu vzorku. Testy in-vitro se zjistilo, že pro správnou rekultivaci buněk na površích je důležitá drsnost povrchu, která je v této práci rovněž zkoumaná.

Výhodou titanového implantátu, na jehož povrch se aplikuje bioaktivní materiál, je ta, že bioaktivní materiály vytvářejí přímou, mechanicky odolnou vazbu s kostní tkání, která umožňuje rovnoměrný přenos zatížení na kost, dává předpoklady pro dlouhou funkčnost implantátu, podstatně se zkracuje doba vhojování a riziko infekce.

1 Titan a jeho slitiny pro medicínské využití

1.1 Historie:

Bothe a spol. v roce 1940, Leventhal v roce 1951 zjistili vynikající tkáňovou kompatibilitu technicky čistého titanu. V Anglii a sporadicky v USA se začal v 50. a 60. letech využívat pro implantáty. Současně byla zavedena slitina Ti-6Al-4V v leteckém průmyslu a později ve zdravotnictví.

Ovšem byly zde nedostatky: V- kov z nejvyšší toxicitou, Al – neurologické nemoci, vyšší E – nedostatečný přenos zatížení na přilehlé kosti, nízká odolnost proti otěru.

V 70. letech zahájen výzkum a vývoj Ti slitin složených z netoxických a nealergických prvků (zajištění biochemické kompatibility a požadovaných pevnostních vlastností).

Od poloviny 80 let započat výzkum a vývoj Ti slitin s nízkým modulem pružnosti (E). „Výhodné β -Ti slitiny, které v zakaleném stavu, je-li struktura tvořena α'' (ortorombickým martenzitem) nebo BCC fází vykazují extrémně nízké hodnoty E , navíc možné snížení E tvářením.“ [1]

Začátek 90. let byly vybrány bezpečné hlavní legujících prvků titanu. „Prvky Nb, Ta, Zr, Hf jsou plně bioaktivní, Mo, Sn méně bioaktivní“ [1]. Jsou rovněž nově zpracovány normy korozní jakosti pro implantované materiály a vedle biochemické kompatibility je kladen důraz na biomechanickou kompatibilitu. Jsou zde požadavky na snazší vyrobiteľnost titanu a jeho slitin, tzn. tavitelnost, vynikající tvářitelnost za studena.

1.2 Čistý titan a jeho vlastnosti:

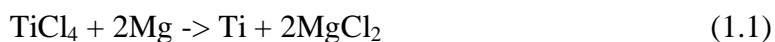
Titan jako prvek byl objeven v roce 1789 Williamem Gregorem. Tvoří 0,65% zemské kůry a to zejména v písčitých a hlinitých horninách. Nejčastěji se titan získává z jodidu titanu. Tento chemický čistý titan je však velmi drahý a vhodný spíše pro laboratorní účely. Dostupnější je technický čistý, titan. Který obsahuje více než 99% titanu. Od chemicky čistého titanu se liší obsahem příměsových prvků, zejména vzdušných plynů, jako jsou kyslík, vodík, dusík, které zhoršují jeho mechanické vlastnosti. Různé chemické složení titanů od různých výrobců ukazuje tab. 1.

Tab. 1 Chemické složení technicky čistého titanu Poldi Titan, amerického titanu ASTM stupeň 1, 2, 3, 4, 7 a ruského VT 1-00, VT 1-0. [2]

Název	Ti	Fe	Si	C	O	N	H	Al a ostatní
Poldi Titan 45	99,39	0,20	0,05	0,08	0,12	0,05	0,01	0,1
ASTM stupeň: 1	99,38	0,20	0,05	0,08	0,12	0,05	0,01	0,1
stupeň: 2	99,21	0,30	0,05	0,10	0,25	0,03	0,01	0,05
stupeň: 3	99,09	0,30	0,05	0,10	0,35	0,05	0,01	0,05
stupeň: 4	98,94	0,40	0,05	0,10	0,40	0,05	0,01	0,05
stupeň: 7	99,07	0,30	0,05	0,10	0,30	0,07	0,01	0,20
VT 1-00	99,11	0,20	0,08	0,05	0,10	0,04	0,01	0,41
1-0	98,29	0,30	0,10	0,07	0,20	0,04	0,01	0,99

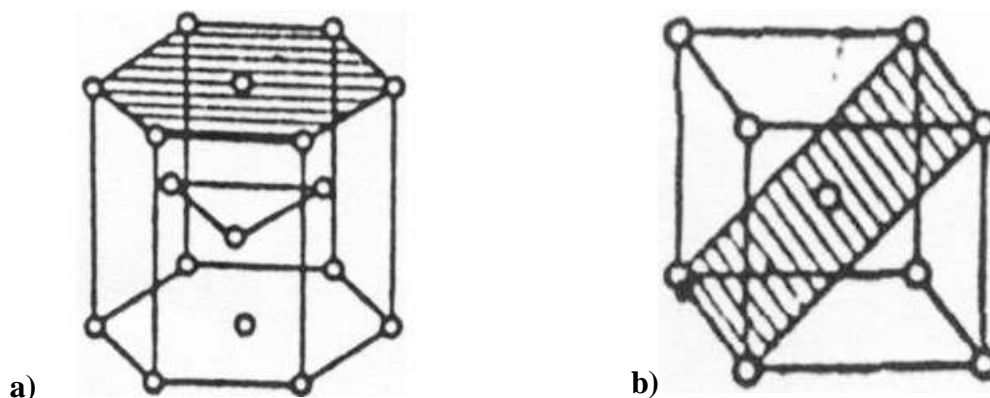
Titan je polymorfní kov s nízkou hustotou, vysokou odolností proti korozi a schopností tvořit slitiny s „širokou možností výběru jejich vlastností“. Jeho atomové číslo je 22. Krystalickou strukturu má do 882 °C hexagonální (α titan), obr. 1a. Nad teplotu 882 °C se jeho krystalická struktura změní na kubickou prostorově středěnou (β titan), obr. 1b. Přeměna alotropické přeměny je tudíž 882 °C. Hustota hexagonálního titanu je 4,507 g/cm³ a kubického prostorově středěného 4,35 g/cm³. Hodnota teploty tání čistého titanu začíná od teploty tání: (1670 ± 5) °C.

Běžné hutní metody, které se využívají k výrobě jiných kovů, jsou v případě titanu neúčinné. Příčina spočívá ve značné ochotě titanu reagovat za zvýšené teploty s kyslíkem, vodíkem, uhlíkem a dusíkem. „Nejčastěji se tedy titan vyrábí redukcí par chloridu titaničitého hořčíkem v inertní argonové atmosféře (viz rov.1)“ [3].



Titan vzniklý touto reakcí je tuhá a pórovitá látka, která se po odstranění chloridu hořečnatého a nezreagovaného hořčíku dále čistí.

Slitiny titanu se přetavují ve vakuových indukčních pecích a stejně tak se ve vakuu odlévají. Tento proces je finančně náročný, od čehož se odvíjí drahé pořizovací náklady titanových výrobků.



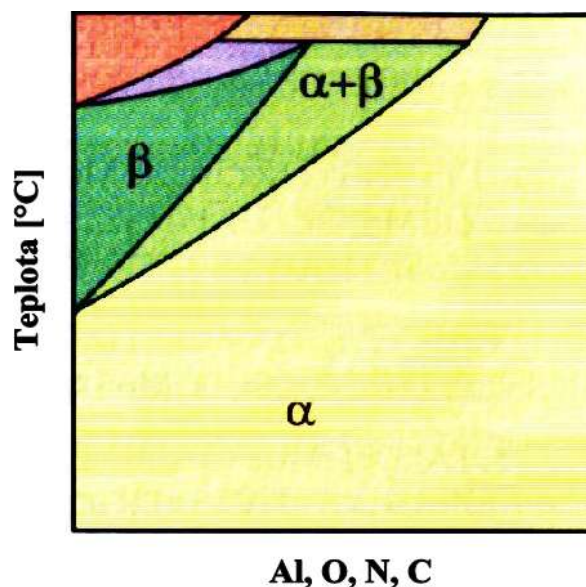
Obr. 1 Krystalická struktura titanu: a) hexagonální, b) kubická prostorově středěná [1]

1.3 Slitiny titanu:

Slitiny titanu lze klasifikovat dle typů titanových slitin podle rozpustností přísadových prvků ve fázi α a fázi β , a to:

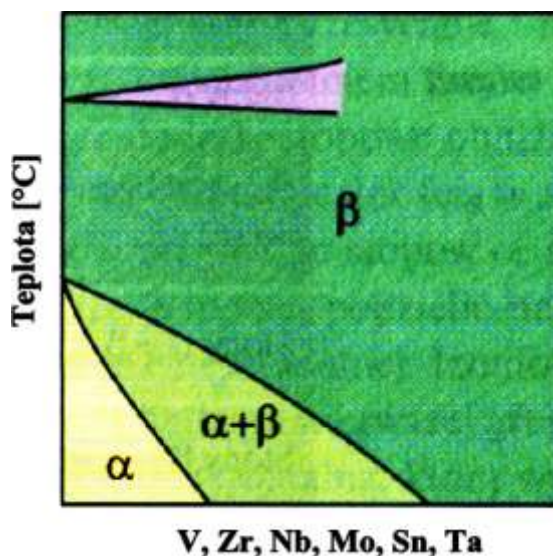
- 1) přísadový prvek se rozpouští více ve fázi α než ve fázi β (α stabilizátory)
- 2) přísadový prvek se rozpouští více ve fázi β než ve fázi α (β izomorfni stabilizátory)
- 3) přísadový prvek se rozpouští více ve fázi β než ve fázi α a fázi stabilizuje β (β eutektoid-ní stabilizátory)

ad 1) Příkladový prvek se více rozpouští v α než v β fázi. Teplota fázové přeměny se zvyšuje v závislosti na koncentraci přísady. Jedná se o prvky Al, O, N, C, viz obr. 2.



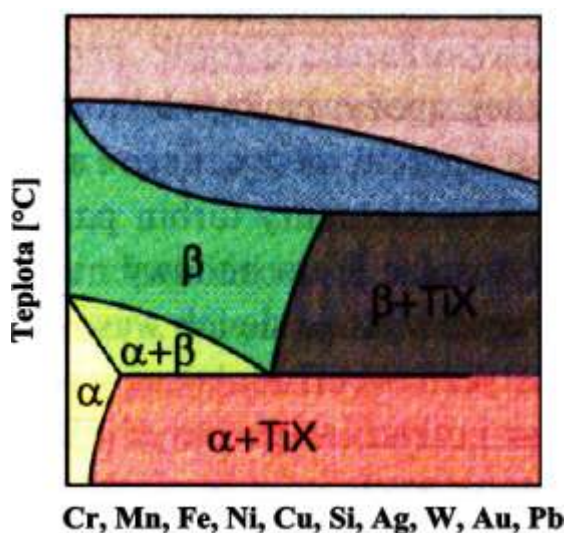
Obr. 2 α stabilizátory titanových slitin [3]

ad 2) Přísadový prvek se rozpouští více v β než v α fázi. Teplota přeměny se snižuje a β je tak stabilní i za normální teploty, jsou to prvky: *V, Zr, Nb, Mo, Sn, Ta* obr. 3.



Obr. 3 Izoformní β stabilizátory titanových slitin [3]

ad 3) Přísadový prvek se rozpouští více v β fázi a tuto fázi stabilizuje. Za nižších teplot dochází k eutektoidní reakci, kde eutektoidní směs je tvořena tuhým roztokem α a intermediální fází bohatou na přísadový prvek. Rozpustnost přísadového prvku je největší za eutektoidní teploty a s klesající se teplotou se snižuje, jedná se o prvky: *Cr, Mn, Fe, Ni, Cu, Si, Ag, W, Au, Pb*, obr. 4.



Obr. 4 Eutektoidní β stabilizátory titanových slitin [3]

1.4 Biokompatibilita titanových slitin v medicíně:

Biochemická kompatibilita - jsou to materiály korozně odolné v prostředí organismu a přijatelné pro organismus bez nežádoucích reakcí.

Biomechanická kompatibilita – tzn., že tuhost implantátů je blízká implantovanému orgánu, tj. blízké hodnoty Youngova modulu pružnosti kostí; při dostatečných hodnotách pevnosti, odpovídající tvrdosti, tažnosti, lomové houževnatosti, meze únavy.

1.4.1 Hlavní biokompatibilní legující prvky titanu:

Nejlépe legujícími biokompatibilními prvky jsou: *Nb*, *Ta*, *Zr*, *Hf* (*Mo*, *Sn* – méně biokompatibilní).

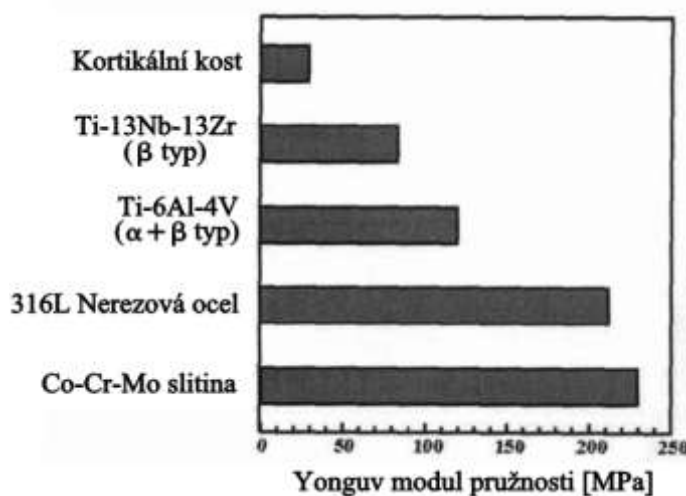
Nevhodnými prvky jsou: *V*, *Co*, *Ni*, *Cu*, *Cr*, (*Fe*) – toxický a *Al* – neurotoxický.

1.4.2 Biomechanická kompatibilita:

Na obr. 5 je znázorněn modul pružnosti v závislosti na daných materiálech. Z grafu je patrné, že z uvedených materiálů má nejmenší Youngův modul pružnosti kortikální kost, dále následuje slitina titanu typu β , slitina titanu ($\alpha+\beta$), nerezová ocel a největších hodnot dosáhla Co-Cr-Mo slitina, jejíž modul pružnosti dosahuje hodnot okolo 230MPa.

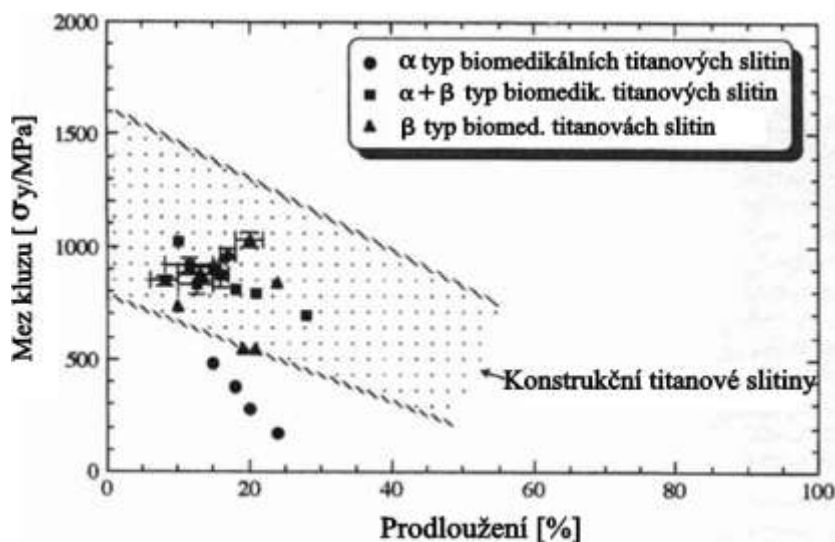
„Dané hodnoty z obr. 5 byly vypočteny podle vztahu 1.2“[1]:

$$\sigma = E \cdot \varepsilon \quad (1.2)$$



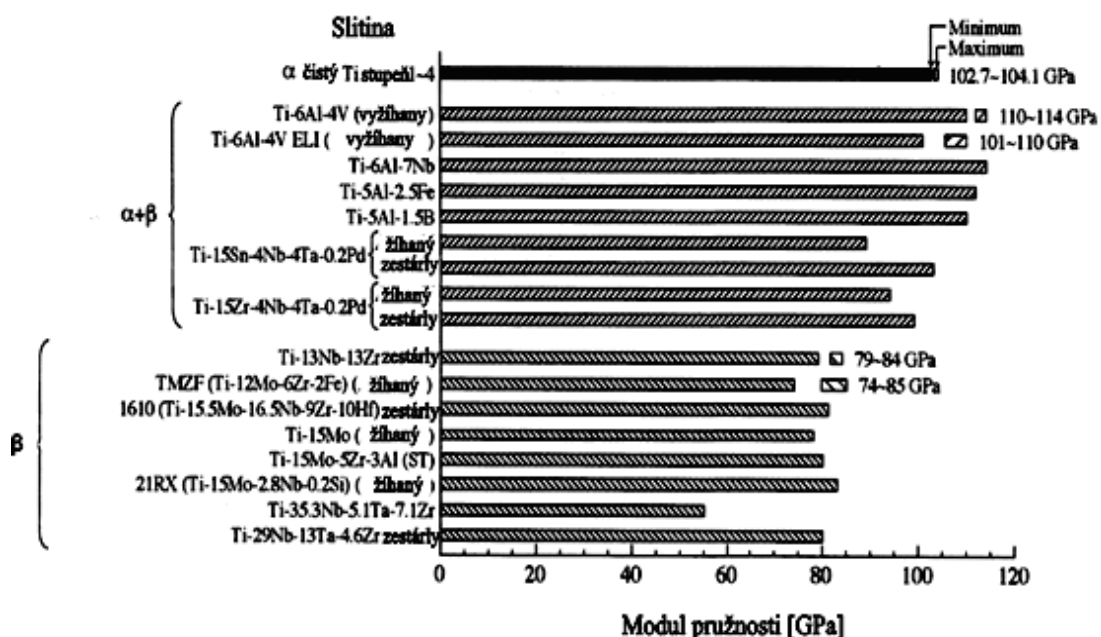
Obr. 5 Srovnání Youngova modulu pružnosti s danými materiály [1]

Obr. 6 porovnává, v závislosti meze kluzu na prodloužení, jednotlivé biomedikální titanové slitiny s konstrukčními titanovými materiály. Z obrázku vyplývá, že α typ biomedikálních titanových slitin nedosahuje takových hodnot meze kluzu a prodloužení, jako další dva použité materiály. To znamená, že svými naměřenými hodnotami nezasahuje do oblasti konstrukčních titanových slitin.



Obr. 6 Závislost mezi pevností a tažností u různých typů Ti slitin [1]

Z obrázku 7 lze vyčíst hodnoty modulu pružnosti jednotlivých slitin používaných v lékařství. Rovněž lze z obrázku zjistit, v které fázi se přísadové prvky titanových slitin lépe rozpouští.



Obr. 7 Porovnání Youngova modulu pružnosti u Ti slitin typu ($\alpha + \beta$) a typu β používaných pro lékařské účely [1]

2 Pozorování povrchu a zjišťování chemického složení materiálů skenovacím elektronovým mikroskopem

Skenovací, rastrovací, nebo též řádkovací elektronový mikroskop (SEM), obr. 8 je elektronový mikroskop, který využívá k zobrazování pohyblivého svazku elektronů.

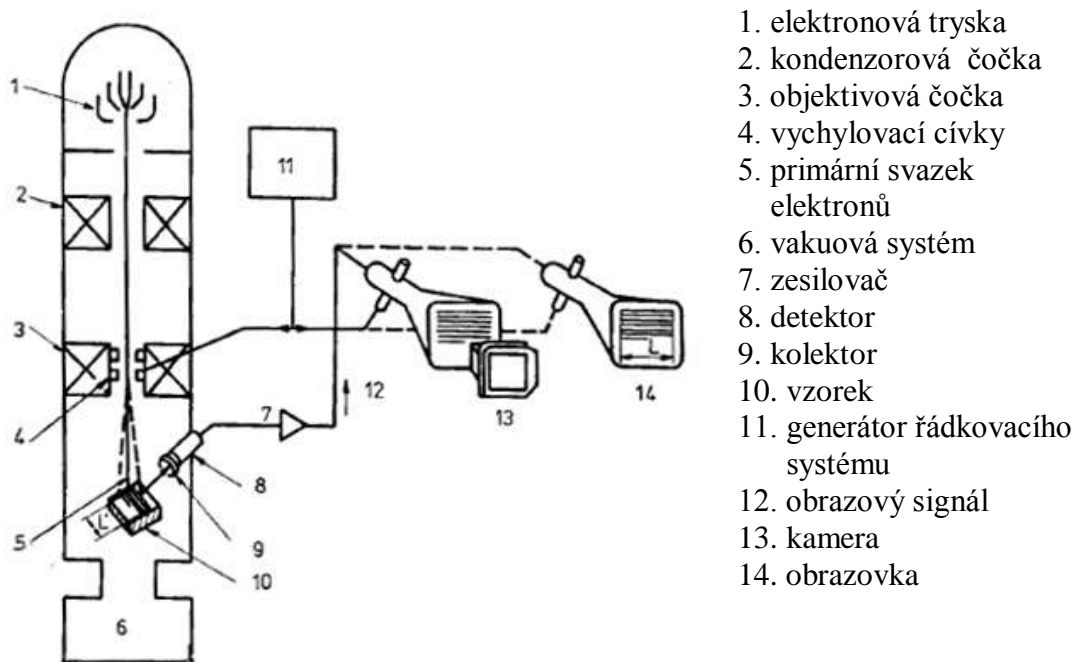


Obr.8 Skenovací elektronový mikroskop [4]

K tvorbě obrazu dochází ostře fokusovaným svazkem elektronů. Tento dopadající svazek vyvolává fyzikální signál, který je teprve zdrojem informací o místě dopadu primárního elektronového svazku na povrch vzorku. Elektronový svazek je jakousi sondou, která se pohybuje po povrchu vzorku a dává vznik signálu, jenž nese informace o charakteristikách místa vzorku, po kterém tento svazek přešel.

Technologie SEM umožňuje pozorování povrchu pomocí SE (sekundární elektrony) technologie, což znamená, že elektrony jsou vyraženy z orbitálu atomového obalu. Vyražení může způsobit např. jiný elektron o vyšší energii. BSE nám umožňuje pozorovat povrch pomocí odražených elektronů.

Schematický princip činnosti SEM:



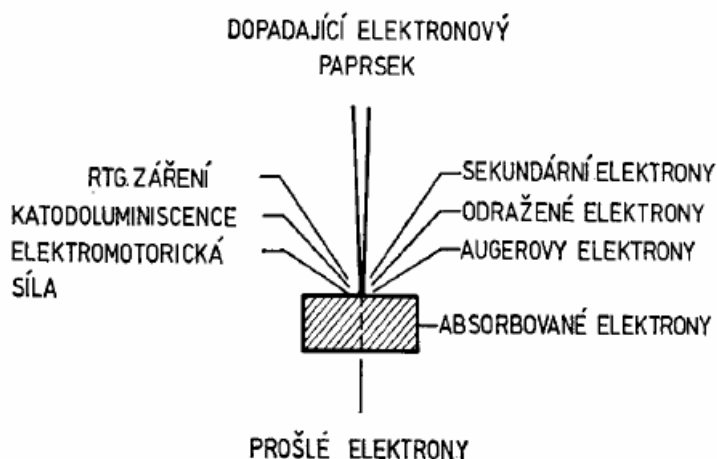
Obr. 9 Schématické znázornění činnosti a hlavních prvků SEM [5]

Katoda emituje elektrony, které jsou urychlovány kladným napětím na anodě (tvorba primárního svazku). Tento svazek je elektromagnetickými čočkami ostře fokusován na povrch sledovaného materiálu. Vychylovací cívky zajišťují, aby tento svazek scanoval vymezenou plochu.

S pohybem primárního elektronového svazku je synchronizován pohyb elektronového svazku obrazovky mikroskopu. Jas obrazovky je modulován intenzitou signálu ze snímacího detektoru, tzn. kontrast na obrazovce se vytváří jako výsledek rozdílné intenzity signálu v jednotlivých bodech dopadu primárního svazku a zvětšení je dáno poměrem strany obrazovky k délce úseku řádkovaného na povrchu vzorku. V závislosti na druhu zpracovávaného signálu (detektoru) je možno získat informace nejen o povrchové topografii útvarů vytvářejících povrchový reliéf, ale také o lokálních změnách v chemickém složení a o některých dalších fyzikálních vlastnostech vzorku.

„Elektrony primárního svazku (PE) dopadají v SEM na povrch vzorku s energií několika tisíc eV . Pronikají do určité hloubky pod povrch a jsou látkou rozptylovány a absorbovány. Rozptyl elektronů je pružný a nepružný. Při pružném rozptylu PE v povrchové vrstvě pevné látky neztrácejí svou energii, mění pouze směr pohybu a pod určitým úhlem jsou odraženy zpět nad povrch vzorku (zpětně odražené elektrony). Při nepružném rozptylu jsou PE v krystalovém prostředí brzděny, přičemž předávají

svou energii volným elektronům a krystalové mřížce. „Pro účely SEM má význam interakce PE s elektrony pevné látky. Elektrony pevné látky jsou předanou energií excitovány, což vede podle způsobu excitace ke vzniku sekundárních elektronů, Augerových elektronů, charakteristického rtg záření (viz obr. 2).“ [5]



Obr. 10 Druh fyzikálních signálů vyvolaných dopadem primárního elektronového svazku [5]

Fokusaný svazek PE vyvolá v místě dopadu řadu signálů, ze kterých se vybere nejvhodnější signál pro zobrazení určitého požadovaného stavu vzorku (topografie, chemické složení, fyzikální vlastnosti, atd.). To lze provést vhodnou volbou detekčního systému. Pro běžné účely je jím nejčastěji polovodičový detektor sekundárních elektronů. Jako sekundární elektrony se označují elektrony emitované z povrchu vzorku, které mají energii menší, než 50 eV. Jejich intenzita závisí na atomovém čísle pevné látky, na úhlu dopadu a na energii PE. Sekundární elektrony nesou informace o topografii a o chemickém složení sledovaného vzorku.

3 Drsnost

Drsnost je souhrn nerovností povrchu s relativně malou vzdáleností, které nevyhnutelně vznikají při výrobě nebo jejím vlivem. Do drsnosti se nepočítají vady povrchu, tj. náhodné nepravidelné nerovnosti, které se vyskytují jen ojediněle (rýhy, trhlinky, důlky apod.), a které vznikají vadami materiálu (poškozením, atd.)

Podle převládajícího směru nerovností se drsnost posuzuje v příčném nebo podélném směru. Parametry drsností se vyhodnocují na skutečných profilech, které se získávají jako průsečnice kolmé popř. šikmé roviny se skutečným povrchem.

Drsnost povrchu ovlivňuje proces aplikace nátěrových systémů kdy je nutné při velké drsnosti počítat s tzv. „mrtvým množstvím“ nátěrového systému a ovlivňuje dobré ukotvení nátěru v podkladovém substrátu.

Norma ČSN EN ISO4287 definuje tyto geometrické parametry:

- **R** pro drsnost povrchu
- **W** pro vlnitost povrchu
- **P** pro základní profil

základní délka l_r – délka ve směru osy x používaná pro rozpoznání nerovnosti charakterizujících daný profil. „Základní délka pro drsnost l_r je číselně rovna hodnotě filtru λc “ [6].

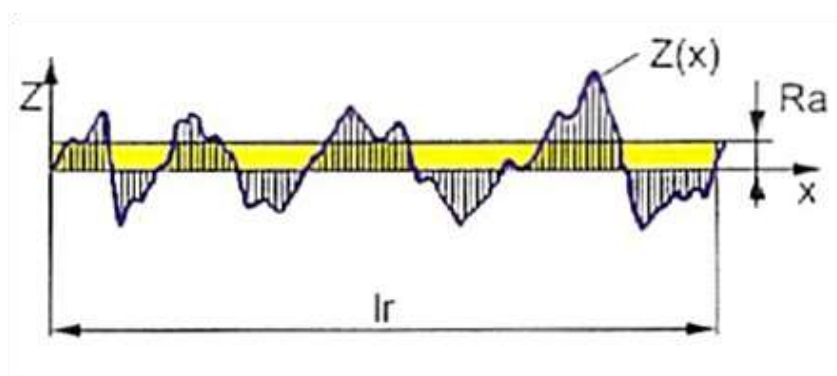
3.1 Drsnost povrchu – základní pojmy

Požadavky na drsnost povrchu se vyjadřují charakteristikou drsnosti povrchu podle ČSN EN ISO 4287, číselnou hodnotou příslušné veličiny a základní délkou, na které se veličina určuje.

3.1.1 Střední aritmetická úchylka profilu R_a

Střední aritmetická úchylka profilu R_a [μm] je přednostní výškovou charakteristikou drsnosti povrchu (obr. 11). „Je to střední aritmetická hodnota absolutních úchylek profilu v rozsahu základní délky (l_r), viz rov. 3.1“ [6].

$$R_a = \frac{1}{l_r} \int_0^{l_r} |Z(x)| dx \quad (3.1)$$



Obr. 11 Schéma vyjádření střední aritmetické úchylky profilu R_a . [7]

Geometricky se tento parametr interpretuje výškou obdélníku sestrojeného na střední čáře a o stejné ploše jako nerovnosti profilu, uzavřené profilem od střední čáry.

Střední aritmetická úchylka profilu Ra nemůže umožnit představu o tom, jak povrch vytvořený technologickou operací vlastně vypadá. Tato charakteristika je však základní pro popis mikrogeometrie povrchu, je široce užívaná a obhajovaná, protože hodnocení drsnosti povrchu podle Ra je poměrně laciné, ať už s ohledem na pořizovací cenu nutného měřicího přístroje nebo na snadnost měření.

3.1.2 Největší výška profilu Rz

Výška nerovnosti profilu z deseti bodů Rz [μm] je definována jako střední hodnota z absolutních hodnot výšek pěti nejvyšších výstupků profilu (Z_{pi}) a hloubek pěti nejnižších prohlubní (Z_{vi}) profilu v rozsahu základní délky.

$$R_z = \frac{\sum_{i=1}^5 |z_{pi}| + \sum_{i=1}^5 |z_{vi}|}{5} \quad (3.2)$$

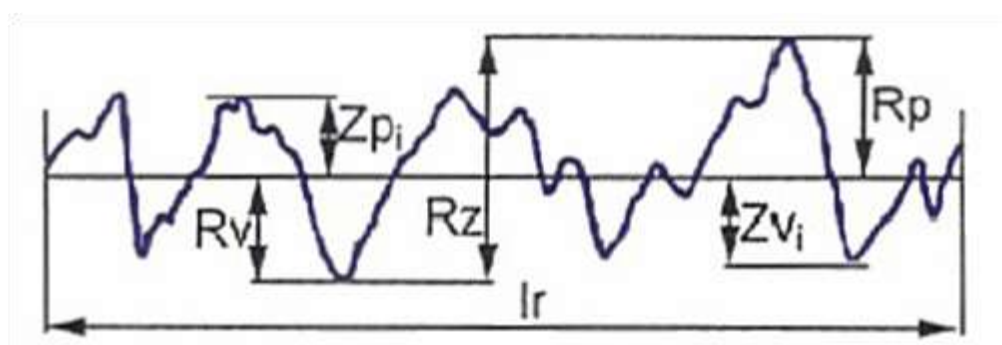
Dle normy ČSN ISO 4287 platí:

Z_p – výška výstupku profilu, tzn. vzdálenost mezi osou X a nejvyšším bodem výstupku výstupku profilu (viz obr. 12)

Z_v – hloubka prohlubně profilu, tzn. vzdálenost mezi osou X a nejnižším bodem výstupku výstupku profilu (viz obr. 12)

R_p – největší výška výstupku profilu, tzn. výška Z_p nejvyššího výstupku profilu v rozsahu základní délky [μm], (viz obr. 12)

R_v – největší hloubka prohlubně profilu, tzn. hloubky Z_v nejnižší prohlubně profilu v rozsahu základní délky [μm], (viz obr. 12)



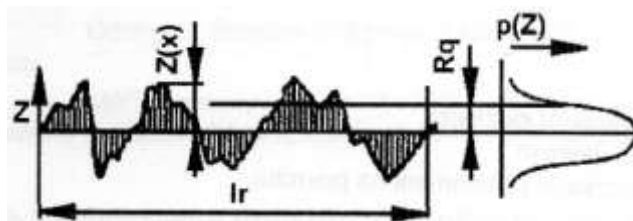
Obr. 12 Parametry Rv , Rp , Rz . [7]

Charakteristika Rz je zvláště vhodná pro hodnocení hrubých povrchů, například tam, kde není možno tyto povrchy pro jejich hrubost zhodnotit dotykovými profilometry, u nichž není možno nastavit příslušnou hodnotu mezní rozteče nerovnosti.

3.1.3 Průměrná kvadratická úchylka profilu R_q [μm]

Jedná se o průměrnou kvadratickou hodnotu pořadnic $Z(x)$ v rozsahu základní délky l_r (obr. 13) [7]. Hodnota parametru se vypočte dle rov. 3.3, uvedenou v literatuře [6].

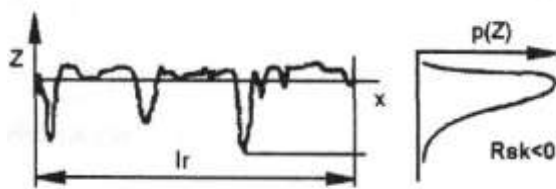
$$R_q = \sqrt{\frac{1}{l_r} \int_0^{l_r} Z^2(x) dx} \quad (3.3)$$



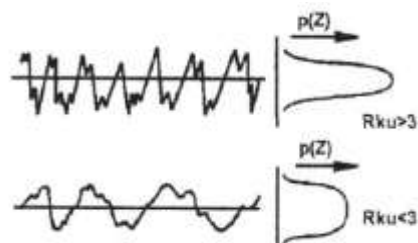
Obr. 13 Parametr R_q [7]

3.1.4 Šikmost posuzovaného profilu R_{sk} [-]

Znázorňuje podíl průměrných hodnot třetích mocnin pořadnic (Zx) a třetí mocniny hodnoty R_q v rozsahu základní délky l_r . Negativní hodnota R_{sk} odpovídá dobrým vlastnostem nosnosti profilu, viz obr. 14.



Obr. 14 Parametr R_{sk} [7]



Obr. 15 Parametr R_{ku} [7]

3.1.5 Špičatost posuzovaného profilu R_{ku} [-]

Podíl průměrných hodnot čtvrtých mocnin pořadnic $Z(x)$ a čtvrté mocniny hodnoty R_q v rozsahu základní délky l_r . Při normálním rozdělení souřadnic profilu $R_{ku} = 3$ zkoumaný povrch má ostřejší výstupky a rýhy při $R_{ku} > 3$ a naopak, viz obr. 15.

3.1.6 Rozvinutá délka profilu l_o [mm]

Jedná se o délku, která vznikne rozvinutím všech výstupků a prohlubní profilů (obr. 16), které leží v rozsahu základní délky, do přímky (obr. 17).



Obr. 16 Základní délka profilu



Obr. 17 Rozvinutá délka profilu

3.1.7 Filtrace profilu

K odstranění nežádoucích složek profilu nám složí proces filtrace. Filtry profilu máme následující:

λ_s – tento filtr definuje rozhraní mezi drsností a krátkovlnnými složkami

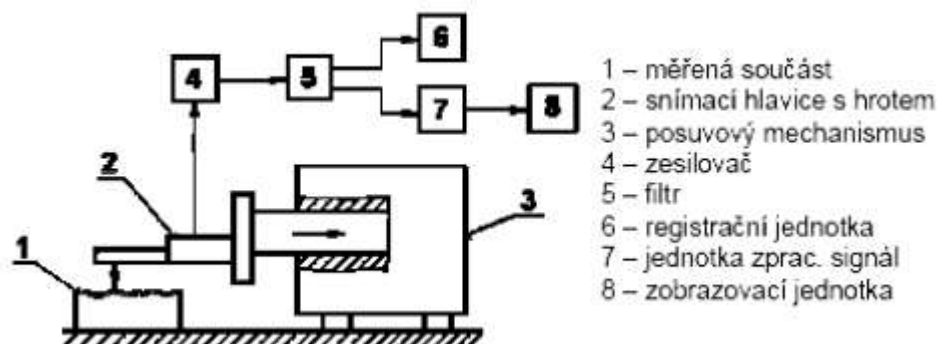
λ_c – filtr určuje rozhraní mezi složkami drsnosti a vlnitosti

λ_f – filtr určující rozhraní mezi vlnitostí a delšími složkami přítomnými na povrchu

3.2 Metody měření drsnosti povrchu

1. Dotykové profiloměry s postupnou transformací profilu (obr. 18)

- mechanicko-optické dotykové profilografy
- dotykové profiloměry s mechanicko-elektrickým převodem

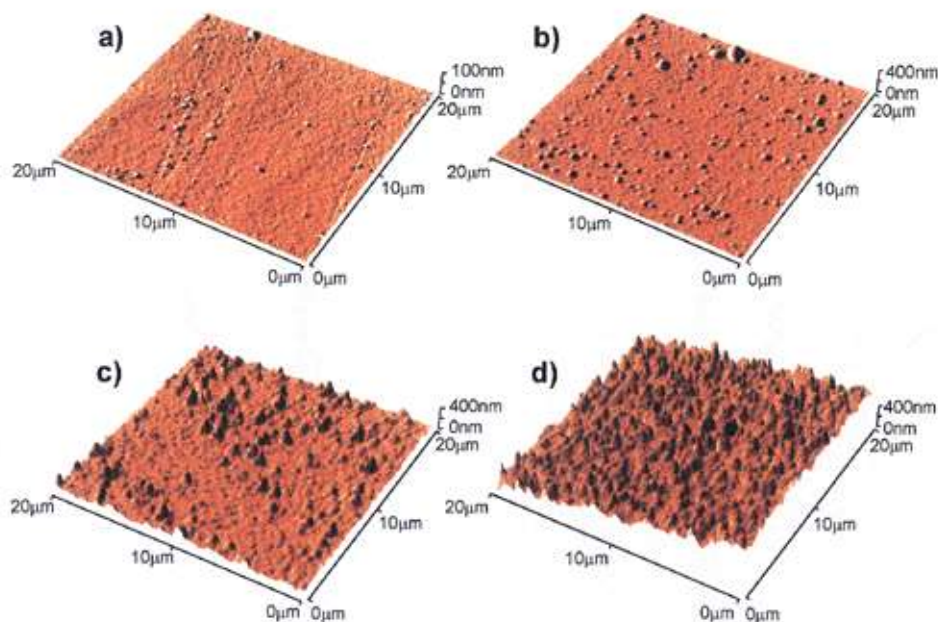


Obr. 18 Princip měření dotykovým profilometrem [7]

2. Bezdotykové profiloměry s postupnou transformací profilu
 - a) metoda světelného řezu
 - b) interferenční metoda měření drsnosti povrchu
3. Snímače
 - a) Generátorový typ
 - b) Impedanční typ
 - c) Elektromagnetické snímače
 - d) Piezoelektrické snímače
 - e) Elektroinduktivní snímače
 - f) Kapacitní snímače
4. Měřicí hroty

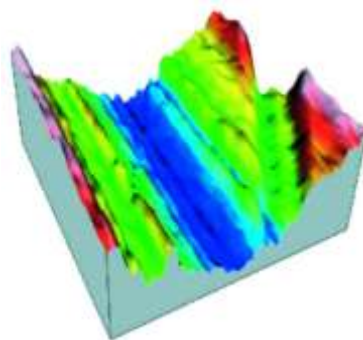
3.3 Změna drsnosti povrchu

Povrch je rozhraní mezi okolním prostředím a strukturou materiálu. Bohužel, jestliže je materiál v korozním prostředí tak dochází ke vzniku počáteční koroze (obr.19a), která roste, čímž dochází i ke změně drsnosti povrchu (obr.19b), která se zvětšující hodnotou urychluje růst korozního napadení, protože póry a velké prohlubně zadržují vlhkost, vodu a to korozi napomáhá (obr.19c,d). Proto je nutné znát drsnost počátečního povrchu a samozřejmě povrchu opatřit povrchovou ochranou.



Obr. 19 Schematické znázornění růstu korozního napadení

V dnešní době existují metody které umožňují programově vymodelovat povrch v 3D zobrazení. Barevné odstíny složí k snadnější orientaci naměřených výsledků měřeného povrchu, jak je tomu na obr. 20.



Obr. 20 3D zobrazení povrchu

4 Odmašťování kovů před aplikací smaltového povlaku

Odmašťování je úprava povrchu materiálu, která zajišťuje čistotu povrchu materiálu a tím zvyšuje přilnavost materiálu k různým povlakům a nátěrovým systémům. Odmašťování nejčastěji zajišťuje odstranění nečistot, jako jsou mastnoty, tuky, prach a nečistoty obsahující látky charakteru bílkovin a popílku. Většinou se jedná o zbytky konzervačních či mazacích olejů, které se používají při lisování výrobků a zpracovávání plechů. Odmašťovací přípravky uvolňují tyto nečistoty z povrchu materiálu a zajišťují převedení do roztoku nebo emulze, která zabrání možné následné zpětné aplikaci nečistot na povrch kovu. Mezi nepoužívanější patří 5 až 10% alkalické vodné roztoky odmašťovacích prostředků. Tato operace je v celém předaplikačním procesu smaltového povlakování nejdůležitější.

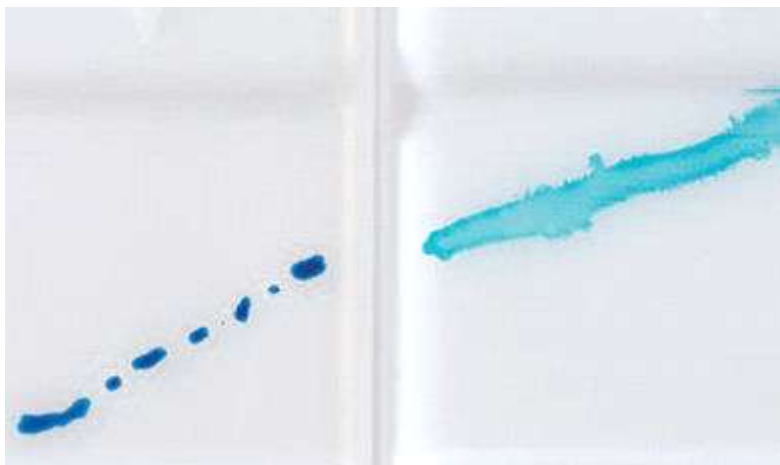
V technické praxi se nejčastěji používají tyto odmašťovací procesy:

- 1) v alkalických roztocích
- 2) v organických rozpouštědlech
- 3) elektrolytickým odmašťováním
- 4) v neutrálních roztocích
- 5) emulzním odmašťováním
- 6) odmašťování opalováním
- 7) vysokotlakové kapalinné odmašťování

5 Měření povrchového napětí testovacími inkousty

Při odmašťování jsou nejdůležitější děje, k nimž dochází na stykové ploše dvou fází. Molekuly uvnitř každé látky se navzájem přitahují stejnou kohezní silnou, takže jsou energeticky v rovnováze. Naproti tomu na povrchové molekuly působí tato kohezní síla pouze směrem dovnitř látky, kdežto v opačném směru se uplatňují síly, jimiž na povrchové molekuly působí druhá fáze, s níž je látka ve styku. Tím se dostává povrch každé látky do určitého napětí, které při styku kapaliny nebo tuhé látky se vzduchem nazýváme „povrchové napětí“.[8]

Při velkém povrchovém napětí kapalina tuhoun látku nesmáčí, nýbrž zůstane ve formě tuhých kapek na povrchu – ke smáčení dojde teprve tehdy, když se toto napětí sníží a kapalina má tendenci se na naneseném vzorku rozprostírat, viz obr. 21.



Obr. 21 Vliv povrchového napětí na styčné plochy [9]

Povrchové napětí (σ) je měřeno v mN/m (milinewton na metr). Obecně platí, že čím vyšší je povrchové napětí materiálu, tím lepší je přilnavost čehokoliv k povrchu. Mezi nejčastější důvody nízkého povrchového napětí patří znečištění povrchu různými tuky, oleji a otisky prstů.

Hranice mezi dobrým a špatným povrchovým napětím, se uvádí hodnota $38 mN/m$. Je-li povrchové napětí pod touto hodnotou, přilnavost k povrchu bude špatná a v opačném případě tomu bude naopak.

Testovací inkousty, vyvinuty pro měření povrchového napětí, jsou kapaliny s definovatelným povrchovým napětím. Jsou dostupné v lahvičkách o objemu 10, 100, 250, nebo 1000 ml . Povrchové napětí se testuje pomocí testovacího inkoustu na měřený podklad. Přesnost měření je $1 mN/m$. Testovací inkousty jsou dostupné v rozsahu od 18,4 do 105 mN/m ve velmi širokém spektru hodnot. Ve standardním rozsahu (28 –

56) mN/m , jsou nabízeny sady, které se skládají ze 7. lahviček a s malým kartáček ve víčku pro aplikací inkoustu (viz obr. 22). Mezi největší výhody této technologie patří její rychlost měření s vysokou přesností.



Obr. 22 Sada testovacích inkoustu [8]

6 Smalty

„Smalt je výsledný produkt fyzikálně chemických reakcí v procesu tepelného zpracování skla komplikovaného chemického složení s dalšími složkami anorganického charakteru, spojující v sobě vlastnosti skla a keramiky se schopností adheze ke kovu“ [10].

Jedná se o technologický proces poměrně složitého výrobního a chemického charakteru. Základní složkou pro přípravu smaltového povlaku je smaltéřská frit. Složení frity určuje funkčnost a technologické vlastnosti smaltu.

Smalt je typickým představitelem nekovových anorganických povlaků, které vytvářejí nepropustnou celistvou vrstvu, která izoluje kov od agresivního prostředí. Základní podmínkou funkce je vyhovující přídržnost a kompaktnost vrstvy naneseného smaltu. Další podmínkou dobré ochrany před korozním prostředím je vhodná volba chemického složení smaltového povlaku a vhodná technologie předúpravy podkladového kovu. Za těchto podmínek lze pak v plné šíři využít příznivé funkční vlastnosti smaltu v oblasti protikorozní odolnosti v prostředí organických i anorganických kyselinách a rozpouštědlech.

6.1 Podkladové materiály pro smaltování

Jako podkladový materiál pro smaltování se nejčastěji používá ocelový plech, šedá litina a neželezné kovy zejména hliník, měď, mosaz a v poslední době, hlavně v lékařství, titan a jeho slitiny (viz kapitola 1).

6.2 Výroba sklovitého smaltového povlaku

Přilnutí sklovitého smaltového povlaku s kovovým podkladovým materiálem nastává v průběhu tepelného zpracování sklovité smaltéřské břečky (suspenze) nanesené na kovový podkladový materiál při teplotách 800 - 900 °C. Vlivem fyzikálně chemických reakcí, které jsou řízeny teplem, dochází k vytvoření složeného sklokeramického komplexu, který je tvořen vrstvou podkladového kovového materiálu, adhezí mezivrstvy a vrstvy sklovitého smaltu. Tím vznikají zcela nové fyzikální vlastnosti dosažitelné pouze spojením obou složek. Z tohoto hlediska je možné integrovaný systém kov – sklovitý smaltový povlak zařadit mezi kompozity spojující plastické vlastnosti kovu s antikorozními vlastnostmi skel [10].

Hlavní surovinou pro výrobu smaltového povlaku je smaltéřská frit, která svým složením určuje funkční i technologické vlastnosti smaltu.

„Vyrábí se tavením směsí surovin (kmene) technologickým postupem podobným tavení skla. Na rozdíl od skla není smaltéřská frit obvykle zcela vyčěřená (zbavena plynů) a v některých případech nemusí být zcela homogenní, neboť obsahuje zárodky krystalů nebo přímo mikrokristaly sloučenin, které potom smaltu dodávají speciální vlastnosti (např. skelně krystalické povlaky).” [11]

Dalšími surovinami pro výrobu smaltů jsou:

Jíl – jedná se o přísadu, která udržuje rozemletou fritu v suspenzním stavu a brání tak sedimentaci směsi. V přírodě se vyskytuje ve stavu zeminy.

Skla - jsou amorfni, pevné, zpravidla anorganické látky s nepravidelnou mřížkou, která jsou tvořena tetraedry SiO_4 . Vazby $\text{Si} - \text{O}$ jsou iontově kovalentní o vysoké pevnosti. Tyto stavební skupiny mají silnou vzájemnou vazbu a periodické uspořádání na krátkou vzdálenost podobně jako krystaly, avšak nepravidelné prostorové uspořádání na velkou vzdálenost [10].

Křemen – jedná se o základní složku při výrobě sklovitých frit i součástí smaltéřských suspenzí. Upravuje se mletím a dodává se ve formě sklářských písků.

Voda – procentuální obsah vody ve smaltéřské fritě ovlivňuje výslednou kvalitu sklovitého smaltového povlaku. V průběhu mletí smaltéřské frity s vodou a jílem dochází k fyzikálně chemickým reakcím, které pokračují při skladování, až po nanesení a vysušení smaltéřské frity.

V praxi se výroba smaltového povlaku skládá z následujících po sobě jdoucích operací, které obnáší nanášení, sušení a vypalování smaltového povlaku. Výsledkem je pevné spojení dvou fází o přijatelné kvalitě smaltového povlaku na podkladovém kovu.

6.3 Nanášení smaltového povlaku

Vrstva smaltového povlaku se nanáší na povrch kovu několika různými technologickými metodami, které jsou od sebe odlišné svým způsobem přípravy smaltovacích materiálů případně fyzikálním principem mechanismu nanášení vrstvy smaltového povlaku. „Efektivnost operace nanášení smaltového povlaku je také závislá na určitých kritériích „[11].

Mezi hlavní kritéria patří:

- velikost a tvar výrobků
- sériovost výroby
- technická úroveň technologie smaltování
- vlastnosti smaltu a jejich funkčnost

Metody nanášení smaltů dělíme do dvou základních skupin:

- **nanášení smaltového povlaku za mokra** – zejména se jedná o metody stékací, stříkací a elektroferitické (založeny na relativní permitivitě).
- **nanášení smaltového povlaku za sucha** - dle charakteristiky děje nanášení vrstvy smaltového povlaku se metoda dělí na nanášení za tepla (využití přehřevu výrobku) a nanášení za studena (využití elektrického pole).

6.4 Sušení smaltéřské suspenze

Před vypalováním, musí každá smaltéřská suspenze, která byla nanášená technologii nanášení za mokra, být vysušená. Tato operace zajišťuje odvod vody z nanesené vrstvy suspenze, která by při vypalování způsobila narušení atmosféry vypalovací pece popřípadě vrstvy smaltu a tím znehodnotila celý proces smaltování. Podíl vody ve vrstvě je obecně 30%, ale může se lišit podle používaného smaltu. Rychlost sušení by neměla být příliš velká. Tím se zabrání vzniku trhlin vlivem tlaku vodních par. Sušení se provádí na volném vzduchu nebo v sušících zařízeních,

kde sušící komory dosahují teplot kolem hodnoty 100°C . Sušení by mělo následovat okamžitě po nanesení vrstvy smaltéřské suspenze.

6.5 Vypalování sklovitého smaltů

Vypalováním vytvoříme sklovitý smaltový povlak na kovovém podkladu. Jedná se o závěrečnou technologickou operaci, po které vzniká požadovaný sklovitý povlak na podkladovém kovu.

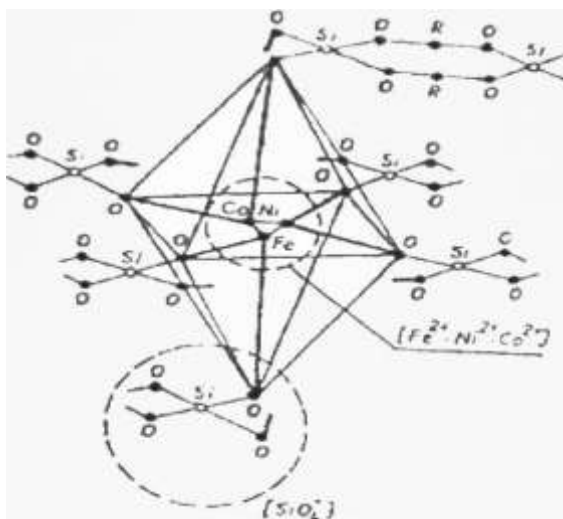
„Při vypalování základních smaltů jsou rozhodující reakce, jejichž výsledkem je pevné spojení obou fází. Vypalování krycího smaltu má vést k vytvoření smaltového povlaku požadovaných funkčních a estetických vlastností. Tyto děje probíhají při teplotách od 740 do 900°C .“ [11]

Proto, aby došlo k vypálení smaltu, musí být splněny následující podmínky:

- **vypalovací doba** – jedná se o definovaný časový interval, za který při dané vypalovací teplotě dojde k ukončení všech reakcí, které souvisejí s vytvořením smaltového povlaku definovaných vlastností
- **vypalovací teplota** – minimální teplota potřebná k ukončení všech reakcí spojeným s vytvořením požadovaného smaltového povlaku
- **vypalovací interval** – je to doba od prvního vložení smaltovaného předmětu, až po dobu kdy dosáhneme požadovaných vlastností smaltového povlaku

6.6 Fyzikálně – chemické procesy mezi kovem a sklovitým smalttem

Z fázového rozhraní mezi kovem a sklovitým smaltovaným povlakem lze pozorovat vytvářející se sklokeramický komplex klystérového typu, viz obr. 23. [10]



Obr. 23 Model sklokeramického klasterového komplexu v oktahedrické symetrii. Trigonální uspořádání centrálního iontu [12]

Vytvoření dokonalého spojení mezi sklovitým smaltovým povlakem a základním kovem je hlavní požadavek, který má zaručit jeho použitelnost jako dokonalé povrchové úpravy. Přestože byla vypracována řada teorií vysvětlujících vznik spojení mezi kovem a smaltem, neexistuje dosud na tento problém jednotný názor. Podle Dietzela v průběhu vypalování probíhají při rozpouštění oxidů následující reakce ve smaltu [13]:



V místech, v nichž se vrstva oxidu rozpustí, nastupuje další velmi důležitá reakce kovového železa se zbývajícím Co^{2+} ze smaltu:



Podle této elektrochemické teorie tzv. přídržné oxidy CoO a NiO reagují na fázovém rozhraní kov – smalt za tvorby lokálních galvanických mikročlánků, přičemž dochází k silné korozi povrchu kovu a tím ke zdrsnění a dobrému zakotvení smaltu [10].

7 Zjišťování tloušťky smaltového povlaku

Tloušťka smaltového povlaku se měří pomocí tloušťkoměrů. Jedná se o elektronické i mechanické přístroje pro nedestruktivní stanovení tloušťky povlakových vrstev na různých druzích podkladu. Měření tloušťky povlaků představuje jeden z nejdůležitějších ukazatelů kvality povrchové úpravy.

Jednotlivé měřicí metody se dají rozdělit do dvou kategorií:

A) Elektronické tloušťkoměry povlaků:

- **Magnetoinduktivní metoda** - použitelná na feromagnetických podkladech, tedy zejména na železných kovech. Povlaková vrstva musí být neferomagnetická.
- **Metoda vířivých proudů** - použitelná na neferomagnetických, avšak vodivých podkladech. Typickým příkladem jsou barevné kovy. Povlaková vrstva musí být nevodivá.
- **Ultrazvuková metoda** - nejuniverzálnější, použitelná prakticky na všech druzích podkladu včetně skla, plastů, betonu, dřeva apod.

B) Mechanické tloušťkoměry povlaků: jsou měřicí přístroje, které používají magnetickou metodu měření. Ta je založena na vyhodnocování změny přídržné síly

permanentního magnetu v závislosti na tloušťce naneseného povlaku. Lze je tedy použít pouze pro měření na feromagnetických podkladech.

Moderní digitální tloušťkoměry mají tu výhodu, že stačí zakoupit pouze jeden měřicí přístroj a k němu lze dokoupit celou řadu sond zkonstruovaných pro dané spektrum měřených materiálů.

8 Klasifikace materiálů

Správné zvolení materiálu daného implantátu je jedním z nejdůležitějších předpokladů dentální implantologie. Při výběrů vhodného materiálů se musí počítat s jeho mechanicko-fyzikálními vlastnostmi a biologickou snášenlivostí organismu. Implantát zavedený v těle, může být živým organismem, vnímám jako cizí předmět, což má za následek mobilizaci vnitřních obranných mechanismů a tělo může tento implantát odmítnout.

Je zde snaha o to, aby zvolený implantát byl pro tělo co nejpřirozenější a nevyvolal v těle imunologickou aktivitu, tzn., zvolený implantát nesmí v tělním systému vyvolat biologické procesy, biochemické procesy, ani elektrochemické procesy.

Implantát zavedený do kostní tkáně je ovlivňován, řadou faktorů, a to zejména korozi, materiál je rozpouštěn, jeho mikročástice se mohou dostat krevním řečištěm do celého organismu.

Pro dentální implantáty musí platit všeobecná pravidla. Mezi nejdůležitější patří ta, že daný materiál, z něhož je implantát vyroben musí být biologický stabilní a snášenlivý. Rovněž musí být pro celý organismus netoxický a neradioaktivní. V neposlední řadě musí vyhovovat po stránce mechanicko-fyzikální.

Biomateriály dělíme na tři základní skupiny:

1. **biotolerantní** – biologický tolerované (slitiny obecných kovů, ušlechtilé kovy)
2. **bioinertní** – biologický neaktivní (chemický neošetřený titan a jeho slitiny, tantal, aluminiumoxidová keramika, uhlíkové materiály, zirkoniumoxidová keramika)
3. **bioaktivní** – biologický reaktivní (hydroxyapatit, keramika trikalciom fosfátová a tetrakalciomfosfátová, sklokeramika)

Biotolerantní materiály:

Tyto materiály jsou vesměs tkání tolerovány, ale doba vhojování je zde dlouhá. Největším problémem u biotolerantních kovů je koroze. Koroze způsobuje na povrchu kovu jeho rozpad vlivem elektrochemické interakce. Kovové ionty, vzniklé korozí, pronikají do tkáně, kde mohou působit např. toxicky.

Bioinertní materiály:

Pro tyto materiály je charakteristické to, že jsou pro tkáň plně akceptovatelné. Vhojují se bez spojovací vazivové vrstvy na hraniční ploše mezi kostí a implantátem. V současné době se nejčastěji využívá titan a jeho slitiny (viz kap. 1).

Bioaktivní materiály:

Tyto materiály byly vyvinuty pro úplnou symbiózu mezi implantátem a živou tkání. V kosti uvolňují kalciové a fosfátové ionty a jsou předurčený k rychlejšímu vhojování, než je tomu u biotolerantních a bioinertních materiálů. Vlivem fyzikálních, chemických a krystalických vlastností dochází k fyzikálně-chemickému spojení mezi implantátem a kostí.

V dentální implantologii se rozlišují tři bioaktivní materiály:

1) Hydroxyapatitová keramika – v dentální implantologii se používá zejména při povrchové úpravě implantátů povlakováním. Její základní chemický vzorec je $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$. Jednou z nevýhod hydroxyapatitové keramiky je to, že může dojít k jejímu rozpouštění v tělním systému a následnému vstřebávání v jiných orgánech lidského těla.

2) Trikalciumfosfátová a tetrakalciumfosfátová keramika – jelikož tyto druhy keramik jsou méně stabilní a mají ještě větší absorpční schopnost než hydroxyapatitová keramika, jsou v bioaktivní medicíně využívány méně, než systémy a techniky založené na hydroxyapatitu. Nespornou výhodou těchto dvou druhů keramik je jejich vynikající bioaktivita. Tyto druhy keramik se po implantaci postupně mění na složení odpovídající složení kosti, což má za následek dokonalý srůst implantátů s kostní tkání.

3) Bioaktivní sklokeramika – v medicínské praxi se sklokeramika využívá teprve na experimentální úrovni. Slouží pro povlakování především titanových implantátů. Při testech in-vitro (testy probíhající ve skumavce) a následně při testech in-vivo (testy probíhající v živém organismu), se zjistilo, že i tato sklokeramika má velmi vysokou bioaktivitu. Dominujícím prvkem je zde křemík. Předností sklokeramiky, je její pórovitost, která usnadňuje buňkám, tvořící kostní tkáň, snadnější „přichycení“ na implantátu. Vzniká kontrolovanou krystalizací skel ze systému $\text{CaO-MgO-P}_2\text{O}_5\text{-SiO}_2$.

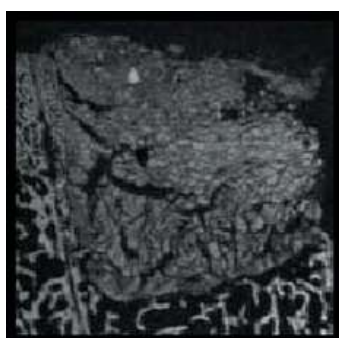
Na bioaktivních sklech se po interakci s tělní tekutinou tvoří křemičitá vrstvička (výměnou alkalických iontů ze skelného povrchu s ionty H^+ nebo H_3O^+ z tělní kapaliny). Následně v důsledku zvýšeného pH v těsném okolí implantátu se na povrchu sráží tenká vrstvička kalciumfosfátu, která má charakter hydroxyapatitu.

8.1 Biokompatibilita

Biokompatibilitu lze chápat jako vzájemnou reakci mezi zdravou tkání a cizím předmětem uzpůsobeného k tomu, aby v těle nevyvolal žádnou nežádoucí reakci. Nebo-li tzn., že daný implantát musí být navržen tak, aby vyhovoval speciálnímu chemickému složení, specifickým mechanicko-fyzikálním vlastnostem a nevyvolával v těle žádnou zánětovou reakci, alergické reakce a neuvolňoval potenciálně toxické látky.

Z hlediska implantologie je nejdůležitější odezva kostí. Uplatňuje se zde celá řada pochodů:

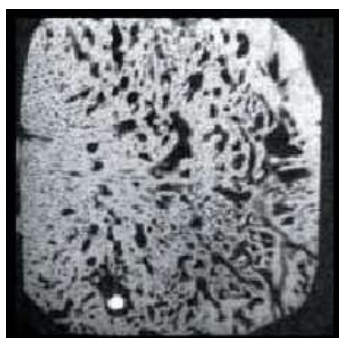
- **oseogeneze** – vznik, vývoj, růst a přestavba kostí v defektu (obr. 24)



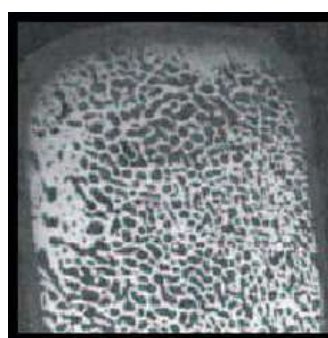
a) po 3 dnech



b) po 30 dnech



c) po 12 týdnech



d) po 6 měsících

Obr. 24 Oseogeneze v kostním defektu v experimentu u prasete [14]

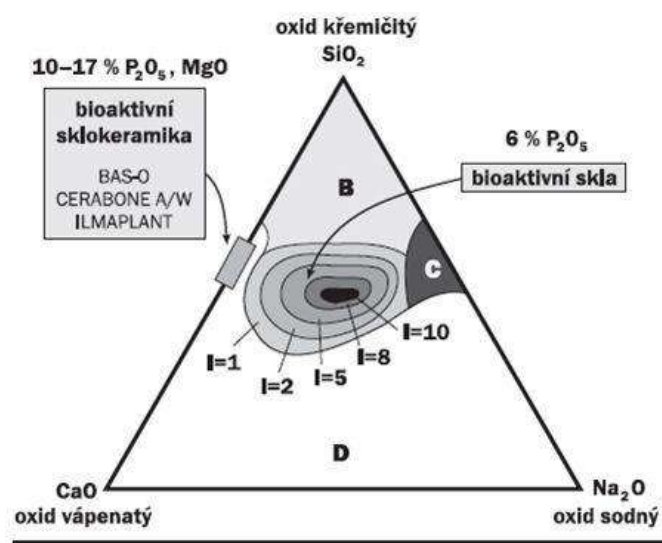
- **oseoafinita** – přilnavost kosti při oseogenezi
- **oseokondukce** – vedení oseogeneze určitým směrem

- **oseogeneze distenční** – při vhojování implantátu dochází k povrchové resorpci kostí a ke vzniku různě silné spojovací vazivové tkáně.
- **oseogeneze kontaktní** – vazivová spojovací vrstva typická pro distanční oseogenezi nevzniká, dochází k oseointegraci (u materiálů biointerních)
- **oseointegrace vazební** – bez vymezené spojovací vrstvy se vytváří chemická vazba mezi implantátem a tkání, což se nazývá biointegrace (u materiálů bioaktivních)

9 Bioaktivní materiály

Jedná se například o hutný hydroxyapatit (viz kapitola 10), bioaktivní skla, bioaktivní sklokeramika nebo bioaktivní kompozity. Mají schopnost vytvářet pevnou chemickou vazbu s živou kostní tkání přímo prostřednictvím vrstvy kostního apatitu, která se tvoří na jejich povrchu po implantaci (viz kapitola 9.1). Proces nukleace a růst krystalů apatitu je iniciován iontovou interakcí mezi bioaktivním materiálem a krví, nikoliv prostřednictvím vaziva.

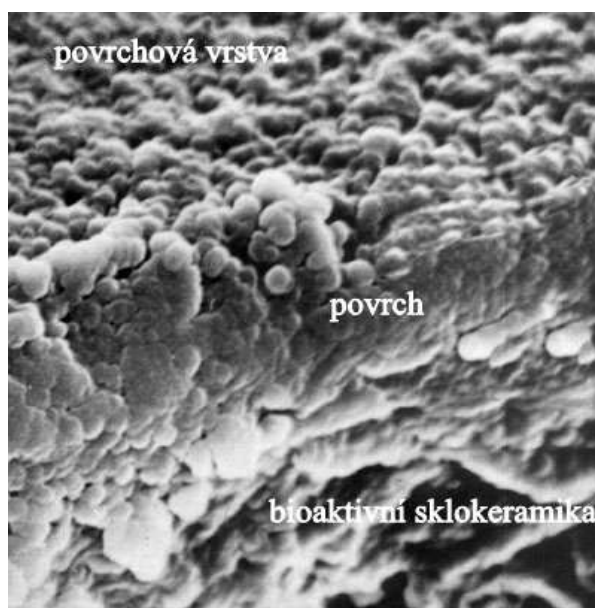
„V 70. letech vyvinul L. L. Henche povrchově bioaktivní skla na bázi sodnovápenatokřemičitých skel s přídavkem oxidu fosforečného, která se v určitém rozsahu složení mohou chemicky vázat nejen na kostní tkáň (viz kapitola 10), ale vytvářejí vazbu i s měkkou tkání (obr. 25).“ [14] Bioaktivní skla však mají nízkou mechanickou pevnost, proto se příliš nehodí pro klinické využití. Naproti tomu bioaktivní sklokeramické materiály na bázi apatitu a wollastonitu mají vynikající mechanické vlastnosti, které se uplatňují například v ortopedii, neurochirurgii nebo čelistní a obličejové chirurgii.



Obr. 25 Index bioaktivity v závislosti na složení skel v systému oxid křemičitý, oxid sodný a oxid vápenatý. [15]

Obrázek 25 znázorňuje: Index bioaktivity $I = 100/\text{počet dnů potřebných pro vytvoření vazby mezi kostní tkání a polovinou povrchu implantátu}$. Skla s indexem bioaktivity $I > 1$ vytvářejí vazbu s kostní tkání. Materiály s indexem bioaktivity $I > 8$ se vážou i k měkkým tkáním. Složení v oblasti B jsou inertní a vedou k opouzdření implantátu vazivem, složení v oblasti C jsou resorbovatelná, složení v D nejsou sklotvorná. Složení bioaktivních sklokeramik se vyznačuje větším obsahem oxidu fosforečného (P_2O_5), a navíc obsahuje oxid hořečnatý (MgO). [14]

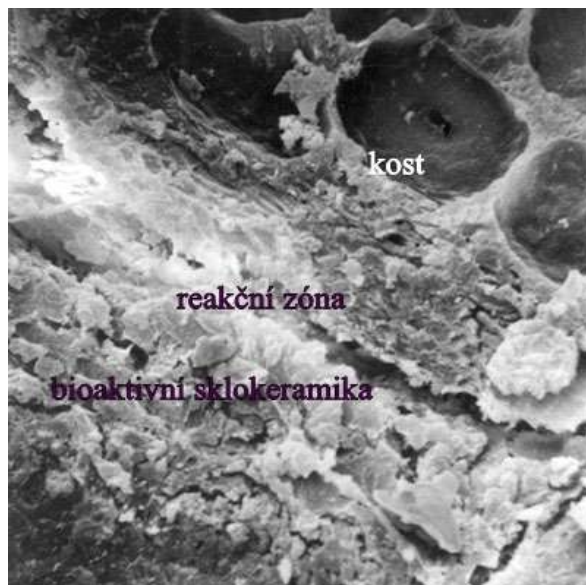
„Mezi české bioaktivní sklokeramické materiály patří produkt pod názvem BAS-O. Je to bioaktivní, dlouhodobě stabilní materiál a má vysokou mechanickou pevnost.“[14] Jde o anorganickou polykrystalickou nekovovou látku, která se připravuje řízenou krystalizací skla. Při ní je amorfní materiál přeměněn ve sklokeramiku s hlavními krystalickými fázemi apatitem a wollastonitem. Základní podmínkou pro vznik vazby mezi implantátem BAS-O a živou kostní tkání je tvorba tenké povrchové vrstvy obohacené o vápník a fosfor, která vzniká na povrchu jako výsledek reakce mezi implantátem a tělní tekutinou (obr. 26).



Obr. 26 Apatitová vrstva vytvořená na povrchu implantátu po 28 dnech vystavení simulovanému roztoku lidské plazmy: příčný řez povrchovou vrstvou (zvětšeno 10 000×) [15]

Tato vrstva, zpočátku amorfní, se časem mění na polykrystalickou vrstvu apatitových útvarů podobných kostnímu apatitu (obr. 27). Implantát není pro organismus cizorodým tělesem, takže s ním během 4 až 8 týdnů vytvoří pevnou vazbu. BAS-O má pevnost v ohybu podobnou jako kost a pevnost v tlaku oproti kosti dvojnásobnou. Dostatečně pevný je i srůst implantátu s kostní tkání. Vyrábějí

se implantáty ve tvaru globulí, plátků, hranolků, popřípadě individuální tvarované podle operovaného místa.



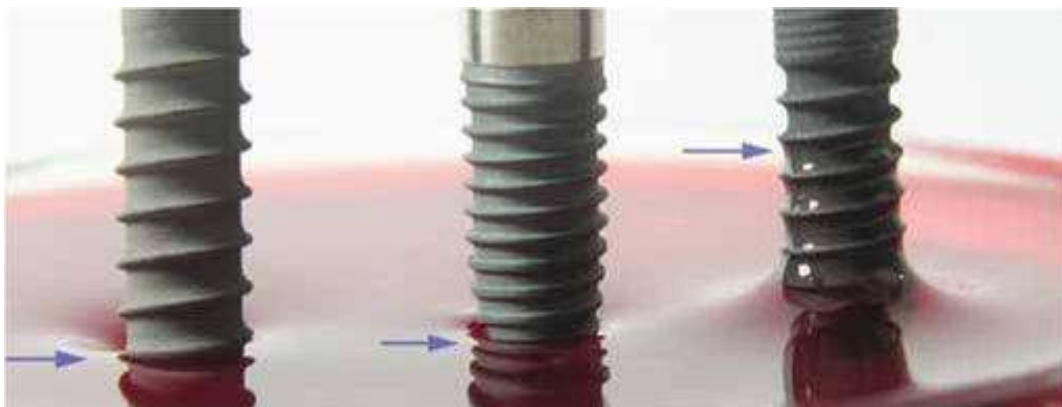
Obr. 27 Detail srůstu kostní tkáni s implantátem bioaktivní sklokeramiky dva měsíce po implantaci (zvětšeno 600×)[15]

9.1 Bioaktivní titan

Obráběný, hladký titan lze považovat za bioinertní materiál, u kterého dochází k opouzdření měkkou tkání, a který tvoří přímý kontakt s kostí (oseointegrace) jen za určitých podmínek a po dlouhé době. Od objevení oseointegrace je historie dentální implantologie doprovázena snahou modifikovat povrch titanu s cílem přiblížit jeho reaktivitu bioaktivním materiálům a umožnit tak bezpečnou tvorbu funkčního rozhraní dentálního implantátu s kostí v co nejkratší době.

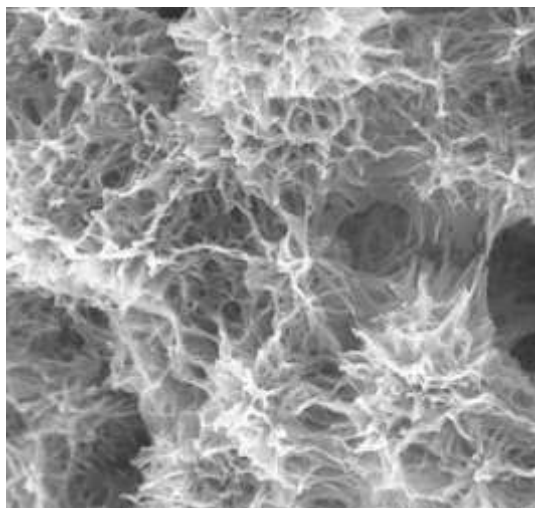
Bio povrch stimuluje usazení osteogenních buněk, podporuje jejich diferenciaci a syntézu kostní matrix, což vede k vyššímu kontaktu kost-implantát v kratším čase.

„Povrchové úpravy použité v procesu přípravy Bio povrchu výrazně zvyšují hustotu hydroxylových skupin na povrchu implantátu a řádově tak zvyšuje úroveň hydratace Bio povrchu v porovnání s ostatními komerčně dostupnými povrchy.“ [15] Chemická modifikace Bio povrchu v „nano“ měřítku mění povrch na silně hydrofilní (nízký úhel smáčení) a umožňuje jeho aktivní interakci s krevní plasmou daleko dříve, než dojde k osídlení povrchu prvními osteogenními buňkami. Vynikající smáčivost povrchu umožňuje rychlou penetraci krve do komplexní struktury Bio povrchu, viz obr. 28.

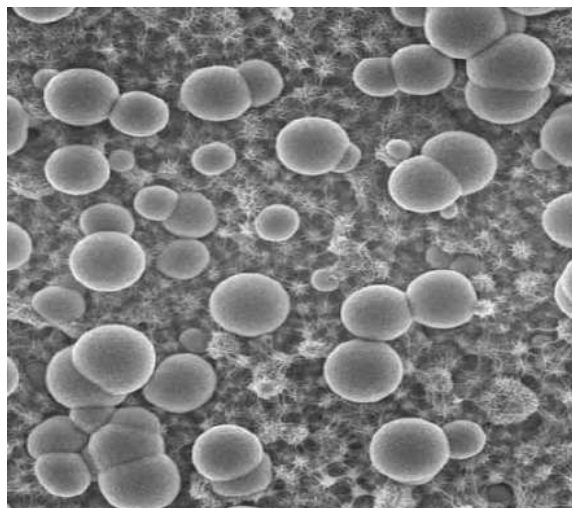


Obr.28 Kontakt tří vybraných povrchů s krví (vlevo: SLA, uprostřed: TiUnite, vpravo: Bio, šipky označují nejvyšší bod kontaktu implantát-krev) [16]

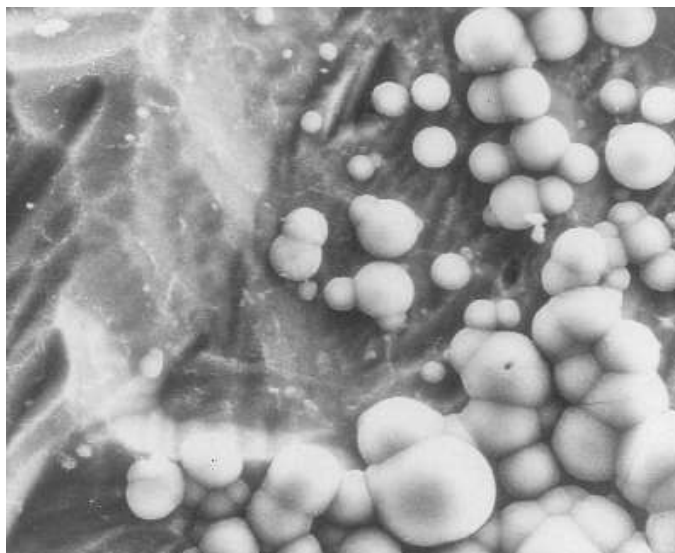
„Bio povrch je tvořen makrodrsnou, mikro a nano porézní, gradientní strukturou (obr. 29), která vykazuje 138 násobný nárůst skutečného povrchu ve srovnání s hladkým obrobeným povrchem. Přítomnost hydroxylových skupin v Bio povrchu má velký význam pro iontovou interakci povrchu implantátu s krví. Bio povrch, bohatý na aktivní hydroxylové skupiny, indukuje při kontaktu s ionty krevní plasmy adsorpci fosforečnanů vápenatých (tvorba kostního apatitu – kapitola 10), (obr. 30 a 31).“ [15] Kostní minerál vznikající na Bio povrchu představuje ideální substrát pro první apatitové struktury kostní matrix (kapitola 10), které jsou syntetizovány osteogenními buňkami na počátku tvorbu nové kostní tkáně. Tímto mechanismem je urychlena tvorba rozhraní implantát-kost a zároveň zajištěna sekundární stabilita implantátu.



Obr. 29 Porézní hydratovaná struktura Bio povrchu (SEM, zvětšeno 10000x) [16]



Obr.30 Nukleace a krystalový růst kostního minerálu apatitu na Bio povrchu v simulovaném tělním prostředí (studie in vitro). [16]



Obr. 31 Snímek apatitových sférolitů vytvořených na povrchu bioaktivního titanu po 74 hodinách expozice v simulované tělní tekutině (SEM, zvětšení 1000x) [16]

„In vitro studií byla sledována reakce osteoblastických buněk (kostní tkáň-stavební buňky), na tři titanové povrchy (obráběný, pískovaný a leptaný kyselinou, Bio).“ [15] Výsledky ukázaly vliv Bio povrchu na buněčnou adhesi a osteoblastickou diferenciaci. Bio povrch vykazoval významně vyšší procento adharujících buněk v porovnání s povrchem pískovaným a leptaným kyselinou a povrchem obráběným. Atraktivita Bio povrchu pro osteoblastické buňky byla potvrzena zvýšenou adsorpcí fibronektinu (buněčný vazebný protein) v porovnání s ostatními povrchy obr. 32.



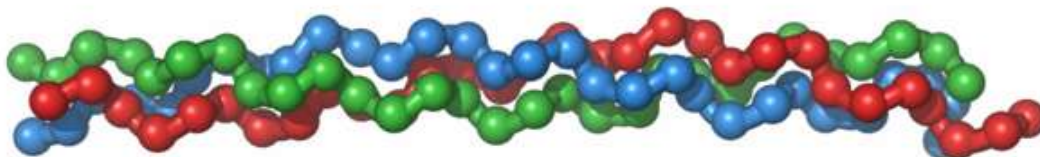
Obr. 32 Osteoblastická buňka adharující na Bio povrchu [16]

10 Kostní tkáň

Kostní tkáň je typem pojiva, které je typické mineralizací mezibuněčné hmoty. Je složena především z kostních minerálů, kostních buněk a kostní organické matrice (osteoidu). Minerální složku, která může tvořit až 65% hmotnosti kosti, tvoří submikroskopické krystaly fosforečnanu vápenatého a hydroxyapatitu. Krystaly jsou vázány na kolagenní vlákna.

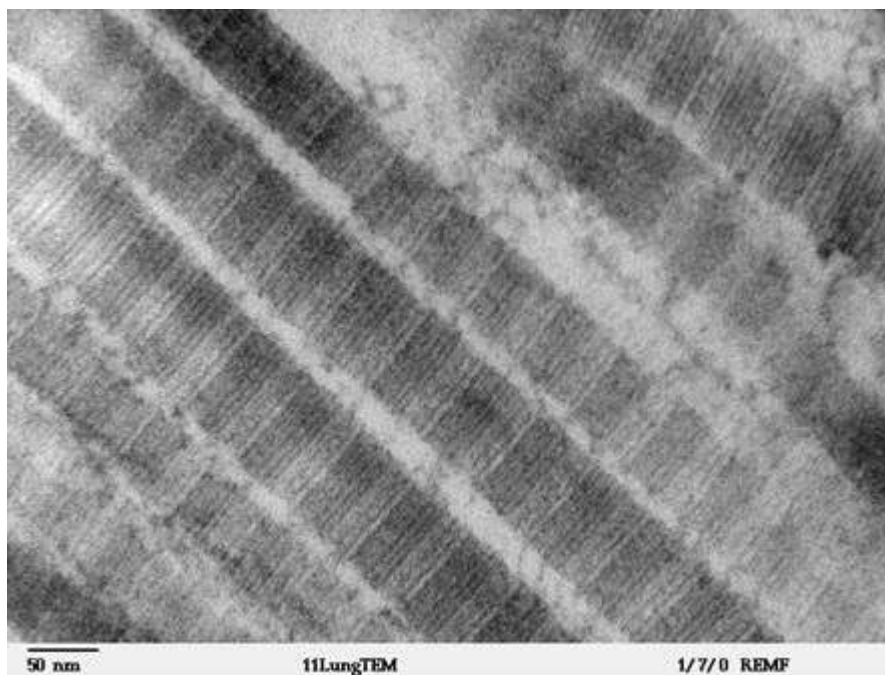
Hydroxylapatit, často nazývaný hydroxyapatit (zkratka HA resp. HAp), je minerál a jeden z nejvýznamnějších biokeramických materiálů. Jde o přirozenou formu vápníku, hořčíku, uhlíkatých sloučenin a fosforu resp. apatitu se vzorcem $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH})$ resp. $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$. Tato látka se využívá v lékařství, hlavně při přípravě materiálu vhodného pro ortopedické implantáty. HA má bioaktivní, biokompatibilní a non biodegradabilní vlastnosti. Možné jsou kostní a kloubní náhrady či zubní aplikace.

Kolagen je skleroprotein, extracelulární, ve vodě nerozpustná bílkovina, která je základní stavební hmotou pojivových tkání. Tvoří 25–30 % všech proteinů v těle savců, ve formě kolagenních vláken (viz obr. 33) je složkou mezibuněčné hmoty.



Obr. 33. Tropokolagen - spirálovité vlákno kolagenu [17]

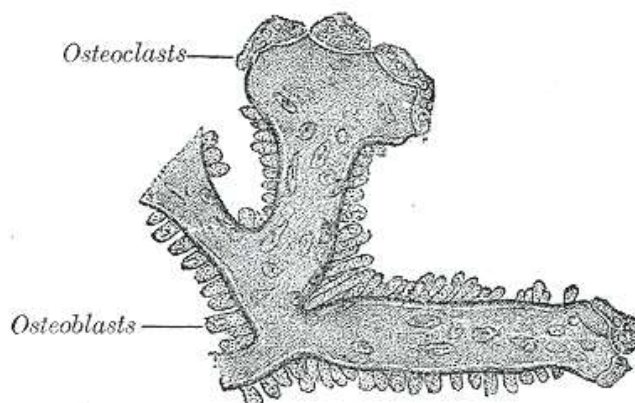
Existuje celá řada typů kolagenů, nejdůležitější je kolagen typu I, II, III, IV, a V. Nejrozšířenější je typ I, představuje 90 % kolagenu v organismech, je přítomen v pokožce, šlachách, kostech a zubech, viz obr. 34. Kolagen typ I tvoří typická 1-20 μm dlouhá kolagenní vlákna. V lidském těle se nejčastěji vyskytuje v tukových tkáních, vazivových chrupkách a závěsných aparátech zubů.



Obr. 34 Kolagenová vlákna typu I v transmisním elektronovém mikroskopu [17]

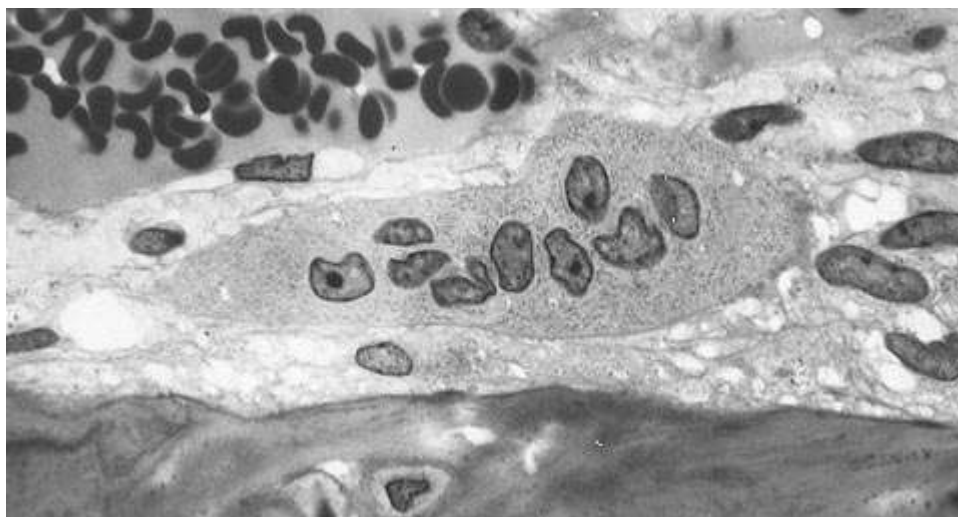
Mezibuněčnou hmotu produkují buňky osteoblasty. Mají bohatou organelovou výbavu a dlouhé výběžky, kterými jsou v kontaktu s ostatními osteoblasty a s cévou přivádějící živiny. Neminerelizovaná kostní hmota se nazývá ossein, až postupem času dochází k ukládání minerálů. Ve chvíli, kdy se osteoblast obklopí vyprodukovanou mezibuněčnou hmotou, změní se na osteocyt - buňku uzavřenou okolní kostí, s okolím spojenou pouze výběžky.

„**Osteoblast** (viz obr. 35) je kostní buňka, která se specializuje na syntézu tzv. kostní matrix, což v praxi znamená, že do svého okolí vylučuje kolagen I.“ [17] Tento materiál, je jednou ze základních složek kostí. Postupně se však během jejich života kolem nich hromadí kostní matrix a mění se na tzv. osteocyty (nově vytvořené kostní buňky).



Obr. 35 Osteoblasty a osteoklasty [18]

„**Osteoklasty** (viz obr. 35 a 36) jsou obrovské (i 100 μm), mnohоядерné buňky, které naopak kostní tkáň odbourávají. Tvoří navzájem propojené kanálky obsahující tekutinu. Produkují kyselou fosfatázu a kolagenázu a resorbují vytvořenou kostní tkáň, čímž umožňují přestavbu kosti.“ [19] Rozvolňují přitom kostní matrix, vylučují různé enzymy a dále produkují vodíkové kationty, čímž rozpouští vápenaté krystaly.



***Obr. 36** Mnohоядерný osteoklast na mikrofotografii [19]*

Kostní matrix – jedná se o organickou základní vrstvu, která se skládá z bílkovin. Hlavní složkou je šroubovitá bílkovina kolagen typu I (viz obr. 33 a 34), další složkou jsou tzv. nekolagenní bílkoviny (osteokalcin, osteonektin, osteopontin) a kostní sialoprotein.

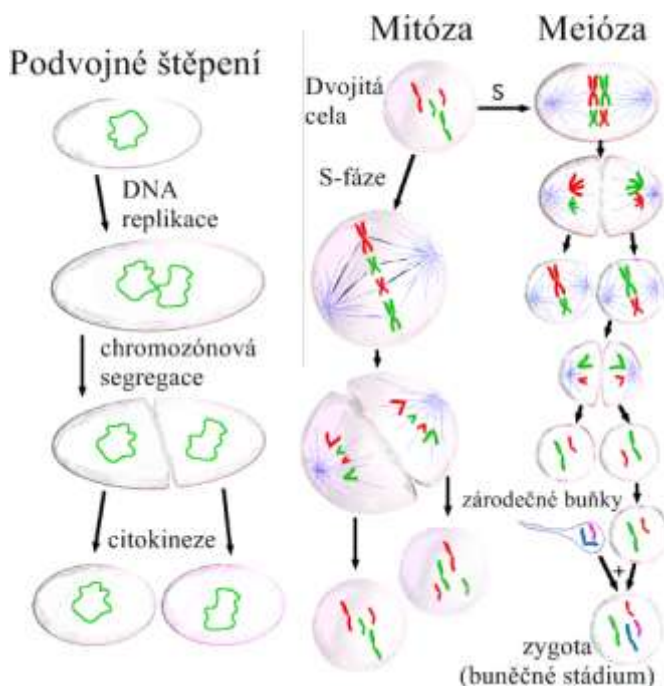
V dentální implantologii je podstatné, že základní kostní buněčná tkáň čelistí má formu lamel silných čtyři až dvanáct mikrometrů. Jsou na sebe vrstveny podle toho, zda se jedná o část kortikální (korovou) nebo spongiózní (houbovitou). Kostní tkáň je velice metabolicky aktivní, zvláště svou buněčnou složkou.

10.1 Buněčné dělení

Buněčné dělení je proces, při kterém z jedné mateřské buňky vzniká několik buněk dceřiných, viz obr. 37. Jednobuněčné organizmy se díky buněčnému dělení rozmnožují, mnohobuněčné organizmy jím zvyšují množství buněk ve svém těle.

U prokaryotických organizmů (bakterie a archea) však probíhá odlišně od ostatních organizmů (tzv. eukaryot). Rozlišuje se mitóza, která se uplatňuje při běžném dělení somatických (tělních) buněk, a meióza, díky níž vznikají pohlavní buňky.

Meióza (meiotické dělení, redukční dělení) je buněčné dělení, během kterého dochází k produkci buněk se zredukovaným počtem chromozómů ($2n \rightarrow n$, $4n \rightarrow 2n$), což je základní proces umožňující pohlavní rozmnožování (obr.37).



Obr. 37 Tři základní typy buněčného dělení, mitóza a meióza jsou však výhradně u eukaryot [20]

Mitóza (mitotické dělení) je typ buněčného dělení, jehož úkolem je zajistit rovnoměrné předání nezredukované genetické informace dceřiným buňkám. Při mitóze předchází samotnému rozdělení buňky složitý proces rozdělení buněčného jádra, při kterém zůstává v dceřiných jádrech zachován počet chromozómů. V rámci buněčného cyklu předchází mitóze tzv. S - fáze (viz obr. 37), během které je za pomoci replikace zdvojena genetická informace, aby mohlo dojít k jejímu rozdělení (je třeba zdůraznit, že nejde o zvýšení počtu chromozómů, ale o dosyntetizování párových chromatid na chromozómech), a G_2 fáze, během které buňka roste a provádí poslední přípravu před mitózou. Po mitóze následuje G_1 fáze (alias postmitotické období), během níž se realizuje genetická informace buňky a syntetizují se bílkoviny a RNA (Ribonukleová kyselina). Hruběji lze buněčný cyklus rozdělit na mitózu a interfázi (období mezi dvěma děleními buňky).

Průběh a fáze mitózy:

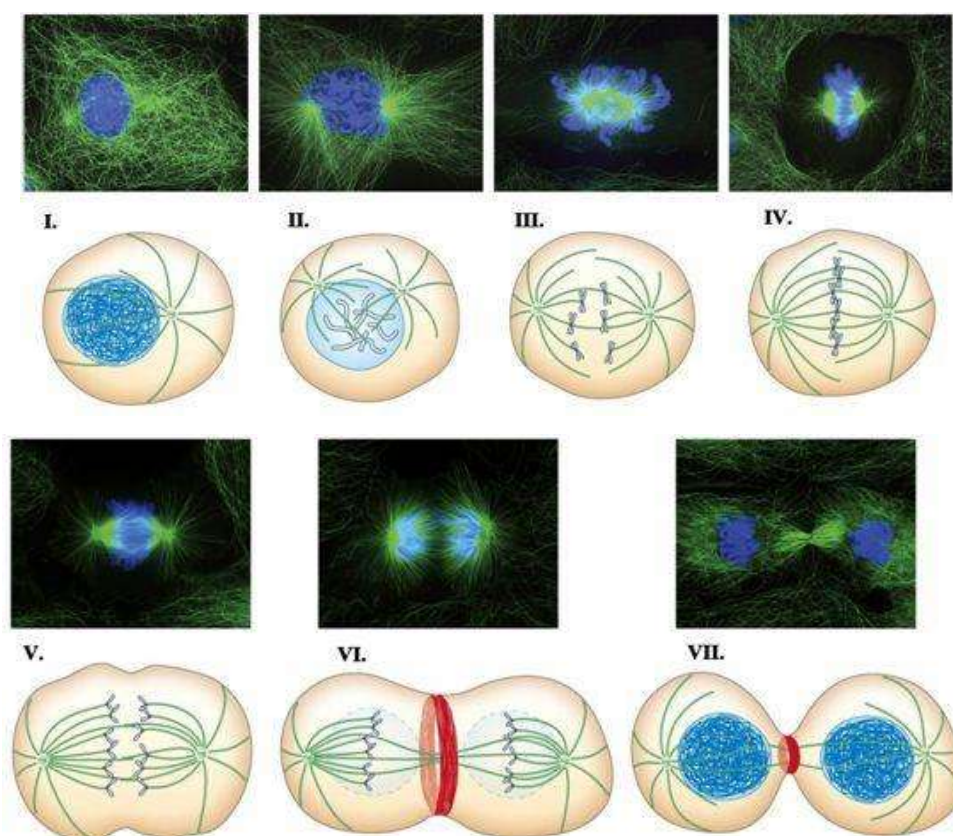
Profáze - Během této fáze dochází ke spiralizaci vláken DNA a diferenciaci chromozómů (obr. 38). V závěru této fáze se rozpadá jaderná membrána (přesněji

řečeno, včlení se do membránového systému endoplazmatického retikula) a chromozómy se rozptylují v cytoplazmě buňky. [21]

Metafáze - Chromozómy se seskupují v ekvatoriální rovině buňky a vzniká tak charakteristická metafázová destička (obr. 38). Pokud buňka obsahuje dělicí vřeténko, je již plně vyvinuto. [21]

Anafáze – „Chromozómy jsou v oblasti centromer napojeny na vlákna vycházející z opačných pólů dělicího vřeténka.“ [21]Následně se rozpadají centromery na dvě části, každá s jednou chromatidou, které jsou zkracováním vláken přitahovány k opačným pólům vřeténka a tudíž do odlišných částí buňky (obr. 38).

Telofáze – „Chromozómy jsou nahloučeny u buněčných pólů a despiralizují se, vytváří se kolem nich jaderná membrána (obr. 38). Na konci telofáze dochází k zaškrcení buňky a vzniku dvou dceřiných buněk, z nichž každá má jedno nové jádro.“ [21] Následně buňka vstupuje do G_1 fáze, případně (jde-li o již terminálně diferencovanou, dále se nedělící buňku) může vstoupit do G_0 fáze. V takovém případě jejich buněčný cyklus končí - buňka plní svoji funkční úlohu, stárne a umírá.

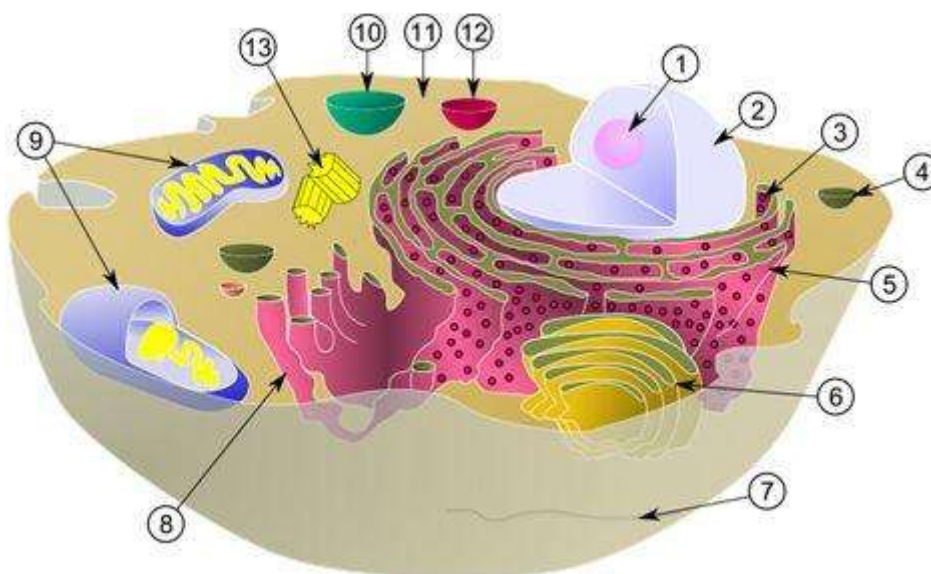


Obr. 38 Fáze mitózy: I-III profáze, IV metafáze, V anafáze, VI a VII telofáze [22]

10.2 Stavba buňky

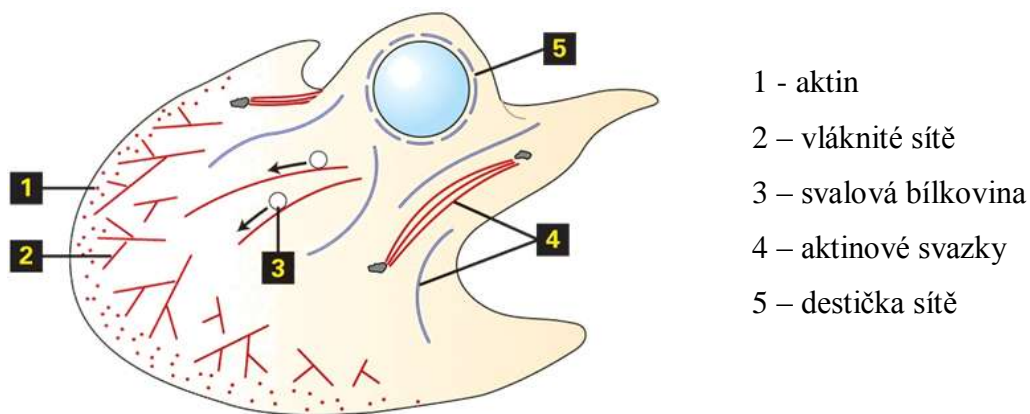
Eukaryotická buňka na rozdíl od **prokaryotní** obsahuje pravé buněčné jádro a množství dalších organel oddělených membránou od okolí (viz obr. 39). Tyto struktury rozdělují buňku na mnoho menších oddílů (kompartmentů).

Buňka eukaryot je radikálně odlišná od prokaryotické buňky nejen v otázce velikosti, ale vykazuje značné rozdíly i po stránce strukturní. Na rozdíl od prokaryot jsou komplexnější a tzv. kompartmentalizované, tedy rozdělené na jednotlivé kompartmenty („oddělení“). Obsahují například pravé jádro obklopené dvojitou membránou, jež odděluje DNA od okolních částí buňky. Dalším výrazným rysem je endomembránový systém, tedy skupina organel (složitější buněčné struktury se specifickou funkcí) rovněž obalených membránou. Evoluční novinkou je na rozdíl od prokaryot i velmi rozvinutý cytoskelet, jakási vnitřní kostra buňky tvořená především aktinem (globulární strukturní protein) a tubulinem (dimerní protein). Ten zajišťuje nejen pohyb buněk, ale i vnitřní transport a zastává též důležité funkce při dělení buněk.



Obr. 39 Schematický model eukaryotické buňky. 1 - jadérko; 2 - jádro; 3 - ribozom; 4 - vezikul; 5 - drsné endoplazmatické retikulum; 6 - Golgiho aparát; 7 - cytoskelet; 8 - hladké endoplazmatické retikulum; 9 - mitochondrie; 10 - vakuola; 11 - cytosol; 12 - lysozom; 13 - centriola [23]

Cytoskelet (buněčná kostra) je dynamický systém proteinových vláken a tubulů, jejichž hlavní funkcí je transport látek a buněčných komponent, opora buňky a účast na jejím dělení (viz obr. 40). Všechny části cytoskeletu jsou z proteinů.



Obr. 40 Složení buněčného cytoskeletu

10.2.1 Osídlování povrchu buňkami

Inkorporace buněk do matric z biomateriálů zahrnuje kromě vhodného zdroje buněk i metodologie pro jejich získání, jejich zpracování a vpravení do konečného produktu. Buňky mohou být před osídlením podrobeny imunologické, případně genetické manipulaci pro získání požadovaných vlastností. [24]

Existuje několik příkladů buněk. Které osídlují dané matrice, jsou to např. nediferencované embryonální buňky (titopotentní), málo diferencované buňky dospělé kmenové buňky (fibroblasty), vysoce diferencované tkáňové buňky (osteoblasty, krvetvorné kmenové buňky) a vysoce diferencované orgánové buňky (hepatocyty). [24]

Osídlování matric buňkami může probíhat v zásadě dvěma způsoby:

In vitro – osídlení probíhá v laboratorních podmínkách za kontrolovaných podmínek. Jednotlivé druhy buněk jsou předem izolovány, stimulovány k růstu, nebo předkultivovány a dodávány ve známém množství.

In vivo – matrice jsou implantovány do organismu a osídlování buňkami probíhá na místě implantace rezidentními buňkami.

Buňky po osídlení matrice se mohou chovat dvojím způsobem. Mohou zůstat na místě, kde se dělí a dané místo osídlují, nebo se mohou pohybovat a migrují na jiné místo matrice.

Kostní tkáň se regeneruje pomocí **kmenových buněk**. Jejich prvotním úkolem v živém organismu je obnova a regenerace poškozené tkáně, nebo orgánů. „Jsou to primitivní buňky, které nedisponují znaky žádné konkrétní tkáně. Mezi jejich hlavní znaky patří to, že se dokážou neomezeně dělit a samoobnovovat.“ [24] Dovedou

se měnit na buňky různých tkání, tzn., mají schopnost mít stejné vlastnosti jako zbylých 230 typů buněk dospělého organismu.

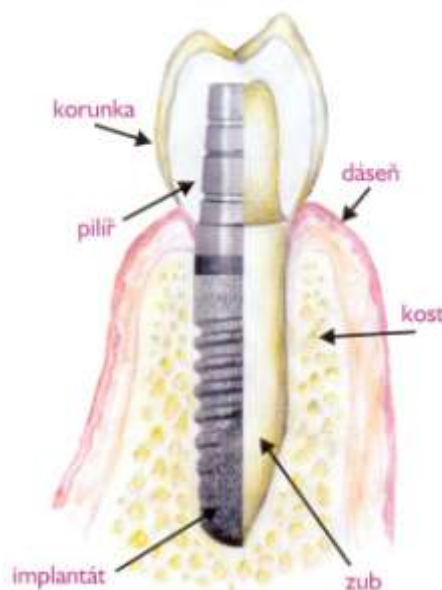
11 Titan v dentální implantologii

Poškozené orgány nebo části lidského těla jsou schopny samoreprodukce, někdy ale bývá nezbytné nahradit je implantátem, viz obr. 41. K těmto náhradám se používají umělé materiály, které jsou anorganické nebo organické povahy. Žádný z těchto materiálů však nemůže být použit v místě s vysokým zatížením, protože jejich lomová houževnatost je nižší a modul pružnosti vyšší než mechanické charakteristiky kortikálních kostí.



Obr. 41 Implantát implantovaný v ústní dutině [25]

Za podmínek vysokého zatížení jsou používány kovové materiály, jako je titan a jeho slitiny (viz obr. 41), ty však nevytvářejí přímou pevnou vazbu s kostním mechanismem, který je popsán u bioaktivních materiálů, tzn., neindukují tvorbu apatitu na svém povrchu. Proto ty to implantáty jsou na svém povrchu mechanicky a chemicky upraven tak, aby co nejlépe byly přijaty kostí a pevně v ní trvale upevněny. Nejběžnější povrchovou úpravou titanu, která umožňuje jeho pevné zakotvení v obklopující tkáni, je například nanášení vrstvy hydroxyapatitu plazmovou technikou. Tato vrstva se následkem částečného tepelného rozkladu HA při plazmovacím procesu může částečně po implantaci resorbovat.



Obr. 42 Titanový implantát jako náhrada zubu [26]

Díky titanovým implantátům může moderní stomatochirurgie nahradit ztrátu jednoho i několika zubů. Implantáty úspěšně nahrazují zubní kořen. Malé titanové implantáty mají stejný tvar jako kořen přirozeného zubu a implantují se na místa někdejších zubů, viz obr. 42. Jedna jejich část je zasunuta do kosti, druhá slouží jako pilíř k nasazení korunky nebo můstku, viz obr. 43. Titanový implantát je tolerantní k tělu, odolný vůči korozi, a přestože má nízkou hmotnost, je také tvrdý a pevný.



Obr. 43 Při implantaci titanového implantátu musí fungovat několik nezávislých faktorů [27]

Zavádění implantátů se provádí při lokálním znecitlivění, výjimečně se používá celková anestezie. Musí se obnažit kostní tkáň, do které se implantát vkládá, a pak podle jeho rozměrů a tvaru vytvořit kostní lůžko. Po vložení implantátu operační ránu sešijeme.

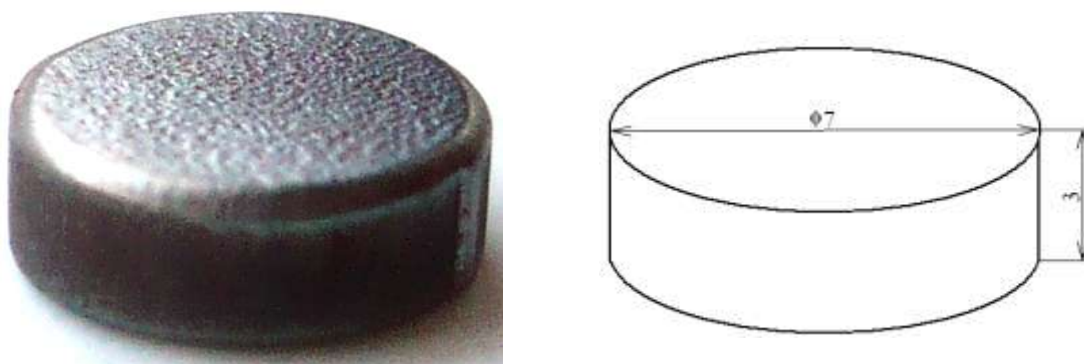
Titanový materiál je přijímán lidským organismem bez komplikací, dosud nebyly ani zaznamenány alergické reakce. Pevné zakotvení implantátu v kosti je stejně důležité jako zdravé při hojení dásně kolem krčku implantátu. Po uplynutí vhojovací fáze implantátu (od šesti do dvanácti týdnů) je možné na implantát našroubovat pilíř a poté i korunku.

Základními předpoklady pro implantaci jsou bezchybná ústní hygiena a absence závažných chorob (zhoubné onemocnění v dutině ústní a těžcí cukrovkáři). Před vlastní implantací je nezbytné ošetřit vlastní zuby a onemocnění dásní a parodontu. Obecnými garanty dlouhodobě úspěšné implantace jsou perfektní ústní hygiena a pravidelné návštěvy lékaře ke kontrole implantátu.

12 Metodika experimentálních prací

Cílem experimentální práce je navrhnout a prozkoumat takový druh smaltu, na kterém by se nejvhodněji kultivovaly kultury buněk. Jako základní materiál, na který se nanáší smaltéřská suspenze se použily vzorky dvou druhů materiálů, jejichž chemické složení je tvořeno čistým titanem a slitinou titanu Ti6Al4V.

Tyto vzorky byly nařezané z kulatiny o průměru 7 mm na šířku 3mm, viz obr. 44. Vzorek z čistého titanu, byl po sléze broušený a kartáčovaný, vzorek ze slitiny titanu se zanechal bez dalších povrchových úprav.



Obr. 44 Vzorek použitý v experimentu

12.1 Odmašťování zkušebních vzorků

Odmašťovací postup:

1. Odmaštění vzorku po dobu 5 min (odmašťovací lázeň)
2. Oplach vzorku ve vodě po dobu 1 min
3. Sušení vzorku při 100 °C po dobu 5 min (sušička SN 30/4)

Odmašťovací lázeň:

- ekologický odmašťovací prostředek Simple Green koncentrace 1:5 s vodou
- před odmaštěním T – 25 °C, pH - 9,44
- po odmaštění T – 23,8 °C, pH - 9,40

Výrobek „Simple Green“ odmašťuje povrch na principu „Mikro-partikulární frakcionizace“ (MPF). Při tomto procesu dochází k štěpení olejů a tuků na mikročástice. Stále se zmenšující částice jsou rozptýleny v roztoku vody a přípravku. Voda se stává katalyzátorem a lze ji proto s oplachovou vodou odvádět přímo do čistíren odpadních

vod. Přípravek je biologicky odbouratelný, nejedovatý a proto vhodný k čištění ponorem, oplachem, postřikem atd.

Oplach - voda:

- před odmaštěním T - 22,3 °C, pH - 8,27
- po odmaštění T - 21,1 °C, pH – 8,25

Pro zjištění teplot a pH lázní před a po oplachu byl použit pH metr PICCOLO plus HI 1295 Amplified Electrode.

12.2 Měření povrchového napětí

Měření povrchového napětí se provádělo na vzorcích, z nichž první série byla tvořena čistým titanem, který byl povrchově upraven broušením a druhá série byla tvořena slitinou titanu (Ti6Al4V), bez povrchových úprav.

Pro začátek testování se použil testovací inkoust se střední hodnotou 35 mN/m. Jelikož linka inkoustu zůstala na povrchu materiálu nezměněná po dobu dvou sekund, tzn., neslila se v kapku, tzn. povrchové napětí je stejné nebo vyšší než povrchové napětí roztoku. Z tohoto důvodu se použil inkoust s vyšší hodnotou 38 mN/m. Tento postup se opakoval až do hodnoty 41 mN/m, kdy nám to dovozovaly laboratorní podmínky. Ani v tomto případě nedošlo k tvorbě kapičky na zkoušených materiálech, což napovídá o tom, že vzorky byly dokonale vysušeny a odmaštěny, (viz tab. 2).

Za ideálních podmínek se tento postup opakuje, dokud se nanosená čára neslije do kapičky.

Vzhledem k tomu, že testovací roztoky jsou složené ze dvou roztoků, které se odpařují různou rychlostí, je třeba brát zřetel na to, aby se lahvičky s inkoustem neprodloužily po nanesení na vzorek uzavřely.

Tab. 2 *Hodnocení povrchového napětí vzorků*

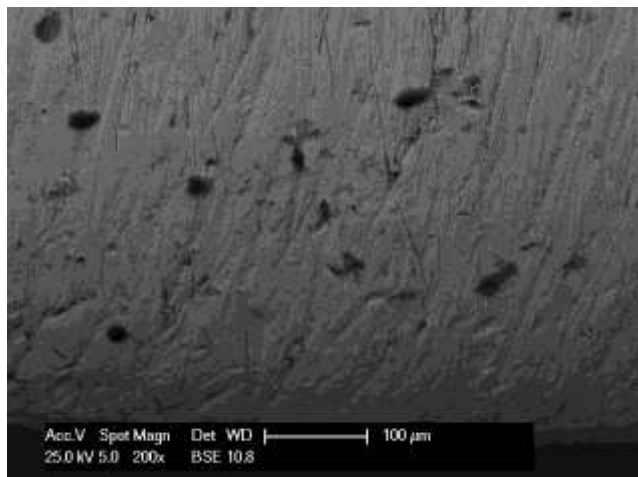
Typ vzorku	Hodnota inkoustu		
	35mN/m	38mN/m	41mN/m
Ti – broušený, kartáčovaný	Inkoust přilnul k povrchu (dobře)	Inkoust přilnul k povrchu (dobře)	Inkoust přilnul k povrchu (dobře)
Ti – Ti 6Al4V – vyrobeno z kulatiny bez povrchových úprav	Inkoust přilnul k povrchu (dobře)	Inkoust přilnul k povrchu (dobře)	Inkoust přilnul k povrchu (dobře)

12.3 Povrch a chemie vzorků implantátů

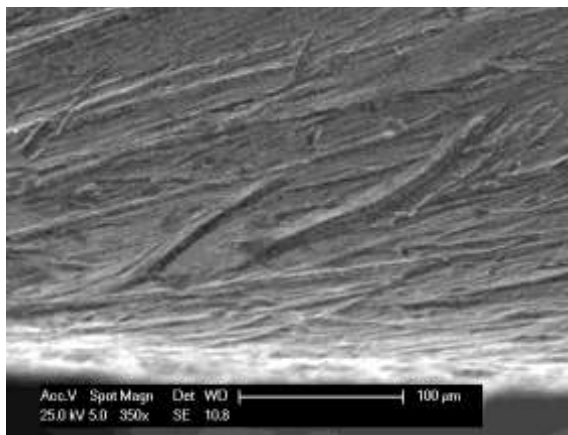
Vzorky (fotodokumentace) byly pořízeny na řádkovacím elektronovém mikroskopu (SEM) značky EDAX CDUTM LEAP Detector od výrobce PHILIPS.

12.3.1 Implantát Ti (ISO 5832-2) broušený, kartáčovaný

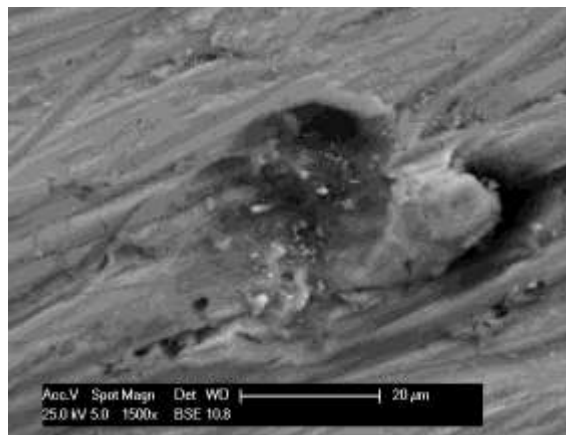
Na obr. 45 je 200x přiblížen povrch čitého titanu. Povrch je pozorován pomocí odražených elektronů (BSE). Při tomto zvětšení začínají být patrné stopy po broušení a následném kartáčování.



Obr. 45 Fotografie povrchu zvětšení 200x (BSE)



Obr. 46 Fotografie povrchu zvětšení 350x (SE)



Obr. 47 Fotografie povrchu zvětšení 1500x (BSE)

Obr. 46 je vyfocen s 350 násobným zvětšením. Zde jsou již patrné rýhy po konečných dokončovacích úpravách. Obr. 47 zachycuje povrch zkoumaného vzorku již s takovým zvětšením, že jsou zde patrné nerovnosti, které pravděpodobně vznikly při dokončovací operaci broušením. Tyto nerovnosti (krátery) jsou natolik hluboké, že je nedokázala odstranit ani dokončovací operace kartáčování.

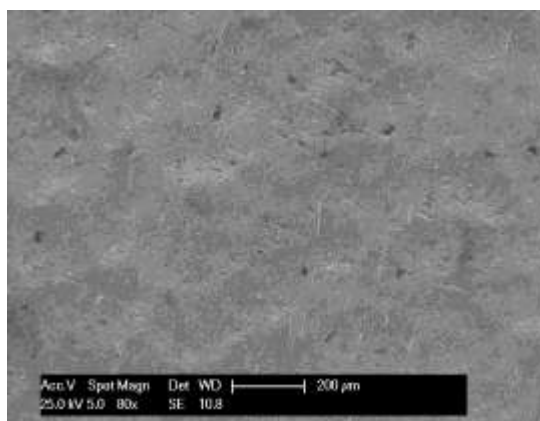
Chemický rozbor Ti – broušený, kartáčovaný pro bod P1

Pro čistý titan broušený a následně kartáčovaný byla vyhodnocená tab.3 s chemickým složením.

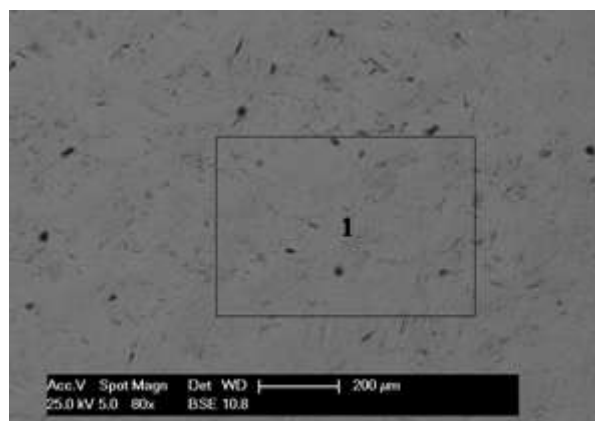
Tab. 3 Chemický rozbor povrchu P1

Chemický rozbor povrchu vzorku broušeného v bodě p1						
kV:25.00, Tilt:-1.10, Take-off:35.00, AmpT:50.0						
Detector Type:UTW-Sapphire, Resolution :135.75, Lsec :59						
EDAX ZAF Quantification, Standardless, Element Normalized SEC Table: Default						
Element	Wt%	At%	K-Ratio	Z	A	F
TiK	100,00	100,00	1,0000	1,0000	1,0000	1,0000
Total	100,000	100,000				
Element	Net Inte.	Bkgd Inte.	Inte. Error	P/B		
TiK	795,05	8,17	0, 47	97,36		

Na obrázku 48 je zaznamenán detail povrchu s 80 násobným zvětšením. Obr. 49 zobrazuje plochu (P1), ze které se zjišťovalo chemické složení zkoumaného vzorku.

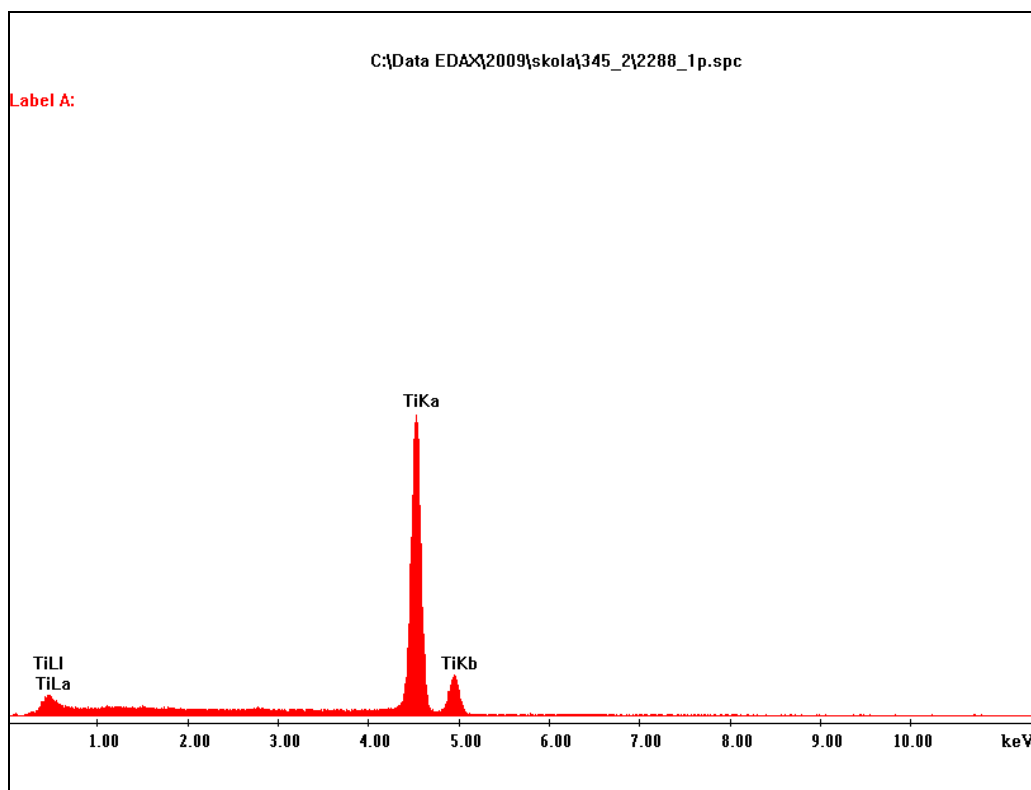


Obr. 48 Detail vzorku zvětšení 80x (SE)



Obr. 49 Fotografie místa chemického rozboru bod P1 zvětšení 80x (BSE)

Z vybrané oblasti P1 se vygeneroval chemický rozbor, jehož výsledky jsou zobrazeny na obr. 50. Z toho je vidno, že v oblasti z které se dělala chemická analýza, se nenašly žádné jiné prvky, než samotný titan.



Obr. 50 Chemický rozbor bod P1

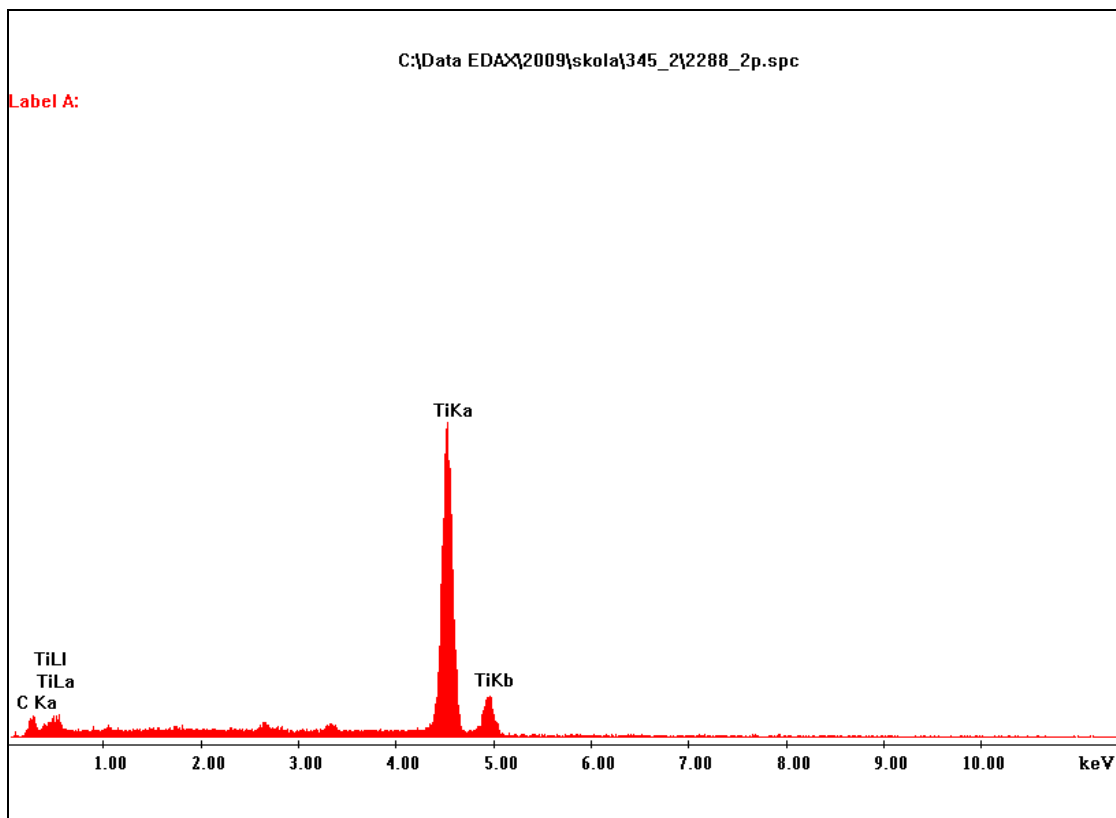
Chemický rozbor Ti – broušený, kartáčovaný pro bod P2

Poté, co se vyhodnotily výsledky z oblátí P1, udělala se pro dosažení exaktnějších výsledků, chemická analýza i v jiné části titanového vzorku. Naměřené hodnoty jsou uvedené v tab. 4.

Tab. 4 Chemický rozbor povrchu P2

Chemický rozbor povrchu vzorku broušeného v bodě p2						
kV:25.00, Tilt:-1.10, Take-off:35.03, AmpT:50.0						
Detector Type:UTW-Sapphire, Resolution :135.75, Lsec :30						
EDAX ZAF Quantification, Standardless, Element Normalized SEC Table: Default						
Element	Wt%	At%	K-Ratio	Z	A	F
C K	27,22	59,86	0,1031	1,1193	0,3383	1,0007
TiK	72,78	40,14	0,7020	0,9476	1,0179	1,0000
Total	100,000	100,000				
Element	Net Inte.	Bkgd Inte.	Inte. Error	P/B		
C K	19,98	4,59	4,90	4,35		
TiK	611,77	5,81	0,74	105,37		

Z naměřených hodnot se vygeneroval graf (viz obr. 51), který dává přehledný chemický rozbor zkoumaného vzorku. Z tabulky a grafu je patrné, že v místě pořízení druhého vzorku, je již povrch ovlivněn uhlíkem ve formě karbidu.



Obr. 51 Chemický rozbor bod p2

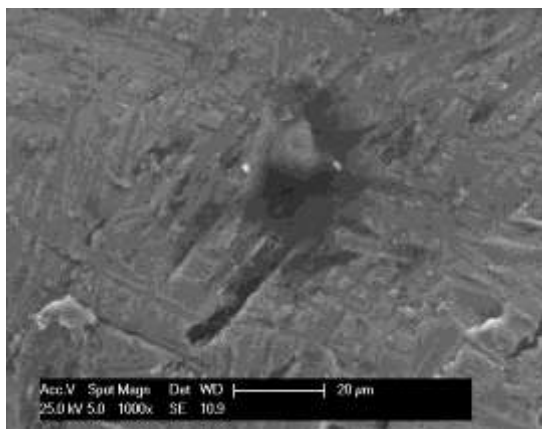
Chemický rozbor Ti – broušený, kartáčovaný pro bod P3

Tabulka 5 zaznamenává chemické složení povrchu s označením P3.

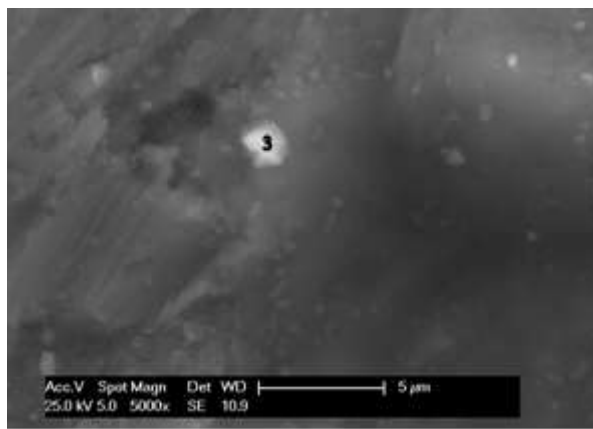
Tab. 5 Chemický rozbor povrchu P3

Chemický rozbor povrchu vzorku broušeného v bodě p3						
kV:25.00, Tilt:-1.10, Take-off:35.03, AmpT:50.0						
Detector Type: UTW-Sapphire, Resolution: 135.75, Lsec: 26						
EDAX ZAF Quantification, Standardless, Element Normalized SEC Table : Default						
Element	Wt%	At%	K-Ratio	Z	A	F
C K	31,57	65,46	0,1092	1,1121	0,3109	1,0005
TiK	60,25	31,33	0,5761	0,9414	1,0116	1,0041
CuK	8,18	3,21	0,0712	0,9143	0,9518	1,0000
Total	100,000	100,000				
Element	Net Inte.	Bkgd Inte.	Inte. Error	P/B		
C K	19,34	5,07	5,46	3,81		
TiK	459,20	4,73	0,92	97,06		
CuK	23,47	1,21	4,22	19,38		

Na obr. 52. je vyfotografován povrch vzorku s tisíci násobným zvětšením. Přiblížením povrchu na 5000 násobné zvětšení lze na obrázku č. 53 pozorovat prvek, který se liší svým chemickým složením od čistého titanu.

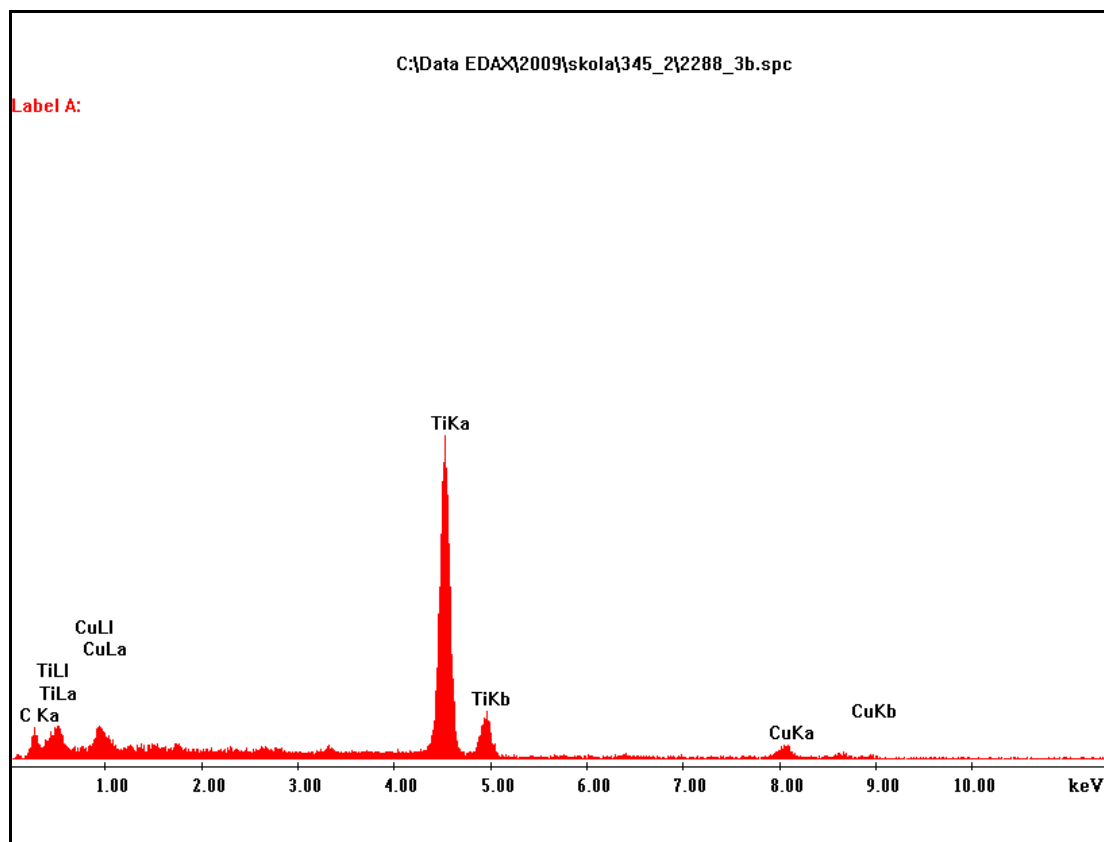


Obr. 52 Detail vzorku zvětšení 1000x (SE)



Obr. 53 Fotografie místa chemického rozboru bod P3. Zvětšeno 5000x (SE)

Z tabulky č. 5 a obrázku č. 54 lze vyčíst chemické složení zjišťovaného v bodě P3. Z naměřených hodnot se zjistilo, že měřená část vzorku obsahuje krom titanu, také karbid uhlíku a měď.



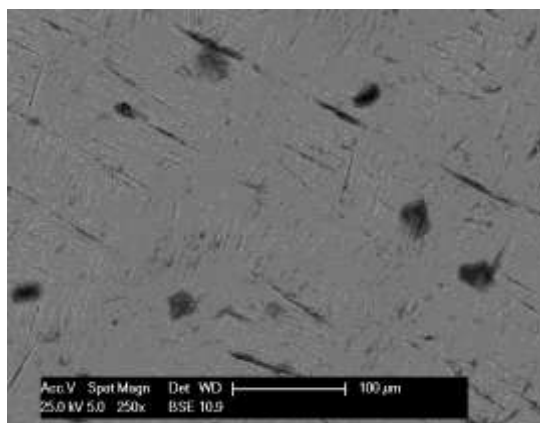
Obr. 54 Chemický rozbor bod P3

Chemický rozbor Ti – broušený, kartáčovaný pro bod P4

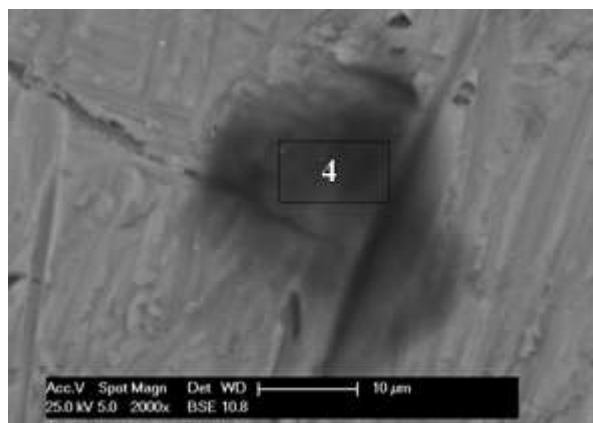
Tab. 6 Chemický rozbor povrchu P4

Chemický rozbor povrchu vzorku broušeného v bodě p4						
kV:25.00, Tilt:-1.10, Take-off:34.95, AmpT:50.0						
Detector Type: UTW-Sapphire, Resolution: 135.75, Lsec: 15						
EDAX ZAF Quantification, Standardless, Element Normalized SEC Table : Default						
Element	Wt%	At%	K-Ratio	Z	A	F
C K	29,71	62,76	0,1147	1,1144	0,3463	1,0006
TiK	70,29	37,24	0,6760	0,9432	1,0195	1,0000
Total	100,000	100,000				
Element	Net Inte.	Bkgd Inte.	Inte. Error	P/B		
C K	24,30	3,66	5,87	6,63		
TiK	645,39	6,11	1,01	105,69		

V tabulce č. 6 je zaznamenáno chemické složení bodu P4 zachyceno na obr. 56.



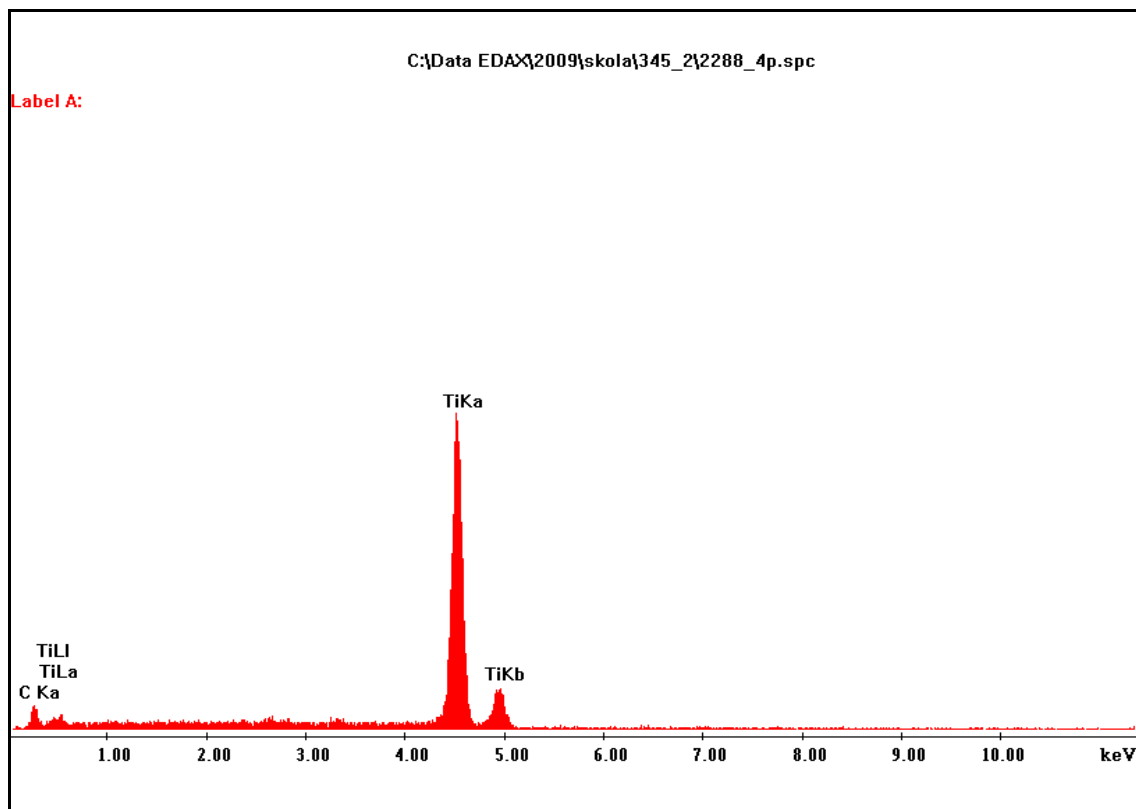
Obr. 55 Detail vzorku zvětšení 250x (BSE)



Obr. 56 Fotografie místa chemického rozboru bod P4. Zvětšení 2000x (BSE)

Při 250 násobném zvětšení se na vzorku začaly zobrazovat tmavé skvrny (viz obr. 55). Při zvětšení 2000 násobném a chemické analýze se zjistilo, že tmavé skvrny jsou tvořeny uhlíkem, který má za následek jejich výskyt.

Toto tvrzení si lze ověřit i z grafu zobrazeného na obr. 57, kde lze pozorovat, že 70,29 hmotnostních procent, je zde zastoupeno ve formě titanu a 29,71 hmotnostních procent je tvořeno uhlíkem.

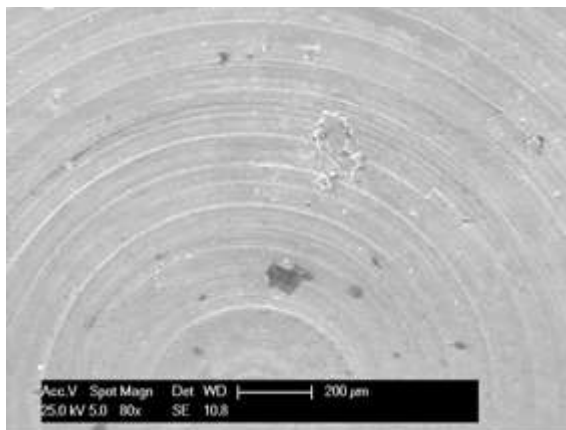


Obr. 57 Chemický rozbor bod P4

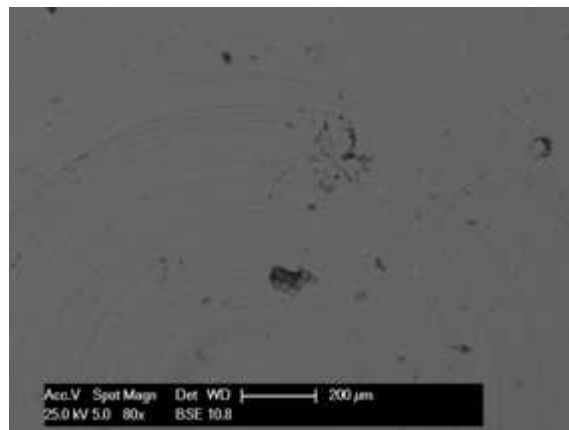
12.3.2 Implantát Ti6Al4V (ISO 5832-2) vyrobeno z kulatiny, bez povrchových úprav

V druhém bodě se experimentální část této diplomové práce zabývá povrchem a chemickým složením povrchu vzorku, jenž je tvořen slitinou titanu pro medicínské využití, s chemickým označením Ti6Al4V.

Tyto vzorky jsou pouze osoustružené, bez povrchových úprav (viz obr. 58 a 59). Rovněž je zde názorně zobrazen rozdíl mezi pozorováním předmětu pomocí sekundárních elektronů (SE) a odražených elektronů (BSE).



Obr. 58 Fotografie povrchu zvětšení 80x (SE)



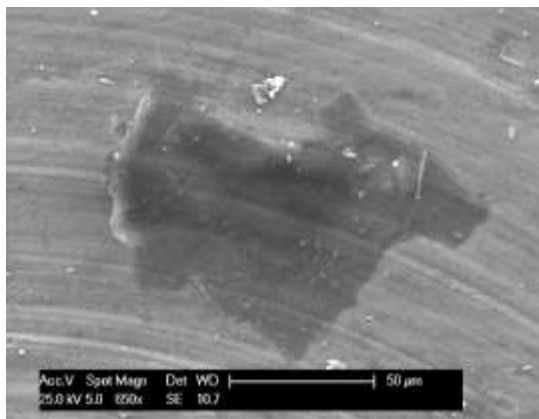
Obr. 59 Fotografie povrchu zvětšení 80x (BSE)

Chemický rozbor Ti6Al4V pro bod P1

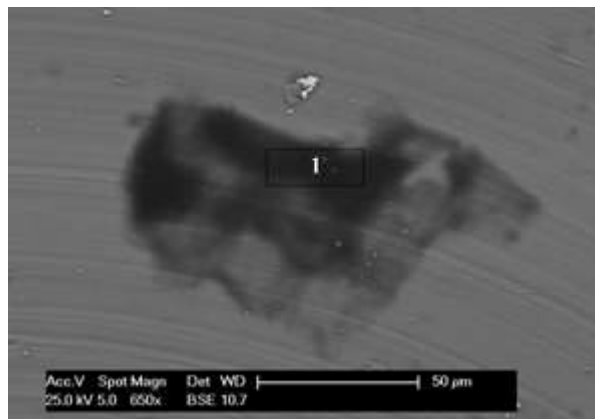
Tab. 7 Chemický rozbor povrchu P1

Chemický rozbor povrchu vzorku v bodě p1						
kV:25.00, Tilt:-1.10, Take-off:34.90, AmpT:50.0						
Detector Type :UTW-Sapphire, Resolution :135.75, Lsec :73						
EDAX ZAF Quantification, Standardless, Element Normalized SEC Table : Default						
Element	Wt%	At%	K-Ratio	Z	A	F
C K	39,41	70,89	0,1406	1,0916	0,2366	1,0004
AlK	5,11	4,09	0,0255	1,0040	0,4956	1,0028
TiK	55,47	25,02	0,5220	0,9230	1,0196	1,0000
Total	100,000	100,000				
Element	Net Inte.	Bkgd Inte.	Inte. Error	P/B		
C K	12,5	10,46	5,40	1,20		
AlK	17,51	34,55	6,2	0,51		
TiK	209,52	5,00	0,83	41,92		

Chemické složení zaznamenané v tabulce č. 7 bylo pořízeno z místa zobrazeno na obrázcích č. 60 a 61 číslem 1. Z tabulky č. 7 je zřejmé, že v místě pořízení vzorků, je chemické složení tvořeno uhlíkem, hliníkem a titanem, v různých hmotnostních množstvích.

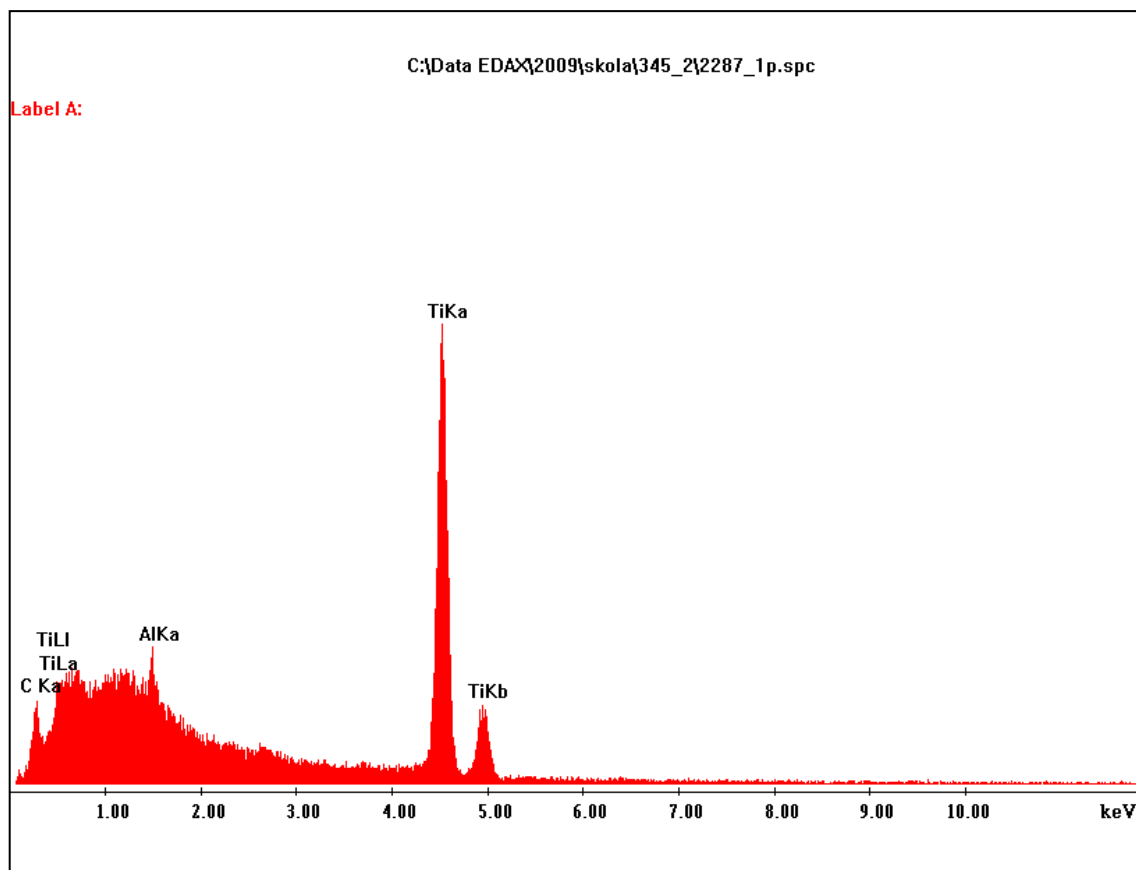


Obr. 60 detail vzorku zvětšeno 650x (SE)



Obr. 61 Fotografie místa chemického rozboru zvětšeno 650x (BSE) bod P1

Obr. 62 nám graficky znázorňuje a zpřehledňuje naměřené výsledky. Z obrázku lze vyčíst, jaký prvek nám ve struktuře převládá a dále jaké prvky se v daném bodě měření vyskytují.



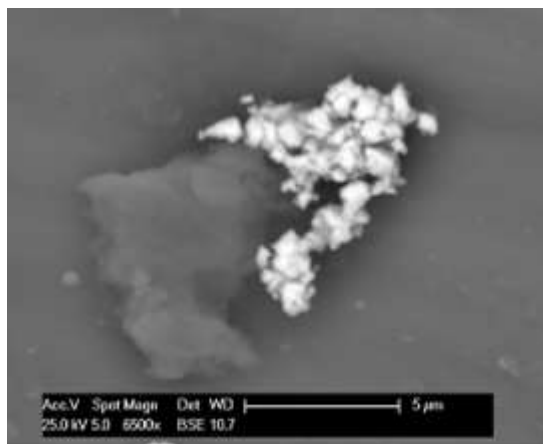
Obr. 62 Chemický rozbor bod P1

Chemický rozbor Ti6Al4V pro bod P2

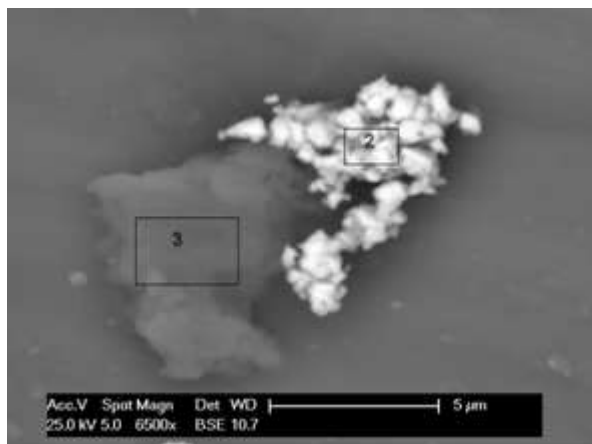
Tab. 8 Chemický rozbor povrchu P2

Chemický rozbor povrchu vzorku v bodě P2						
kV:25.00, Tilt:-1.10, Take-off:34.90, AmpT:50.0						
Detector Type:UTW-Sapphire, Resolution :135.75, Lsec :51						
EDAX ZAF Quantification, Standardless, Element Normalized SEC Table: Default						
Element	Wt%	At%	K-Ratio	Z	A	F
C K	31,94	83,29	0,0828	1,1707	0,2214	1,0000
AlK	0,42	0,49	0,0024	1,0748	0,5221	1,0001
TiK	4,92	3,22	0,0399	1,0000	0,7996	1,0144
CoK	6,42	3,41	0,0646	0,9912	0,9402	1,0801
W L	56,29	9,59	0,4757	0,8233	1,0265	1,0000
Total	100,000	100,000				
Element	Net Inte.	Bkgd Inte.	Inte. Error	P/B		
C K	18,56	6,91	4,28	2,69		
AlK	4,12	38,26	30,47	0,11		
TiK	40,38	11,24	2,74	3,59		
CoK	36,11	9,95	2,9	3,63		
W L	79,4	9,37	1,74	8,48		

Z tabulky č. 8 lze vyčíst chemické složení zjištěno z místa uvedeného na obr. 63 a obr. 64 v bodě 2. Krom prvků základního materiálu obsahuje pozorovaný prvek také uhlík, kobalt a wolfram. Tyto prvky se ze vši pravděpodobnosti dostali do základního materiálu z obráběcího nástroje, kterým byl daný vzorek opracováván.

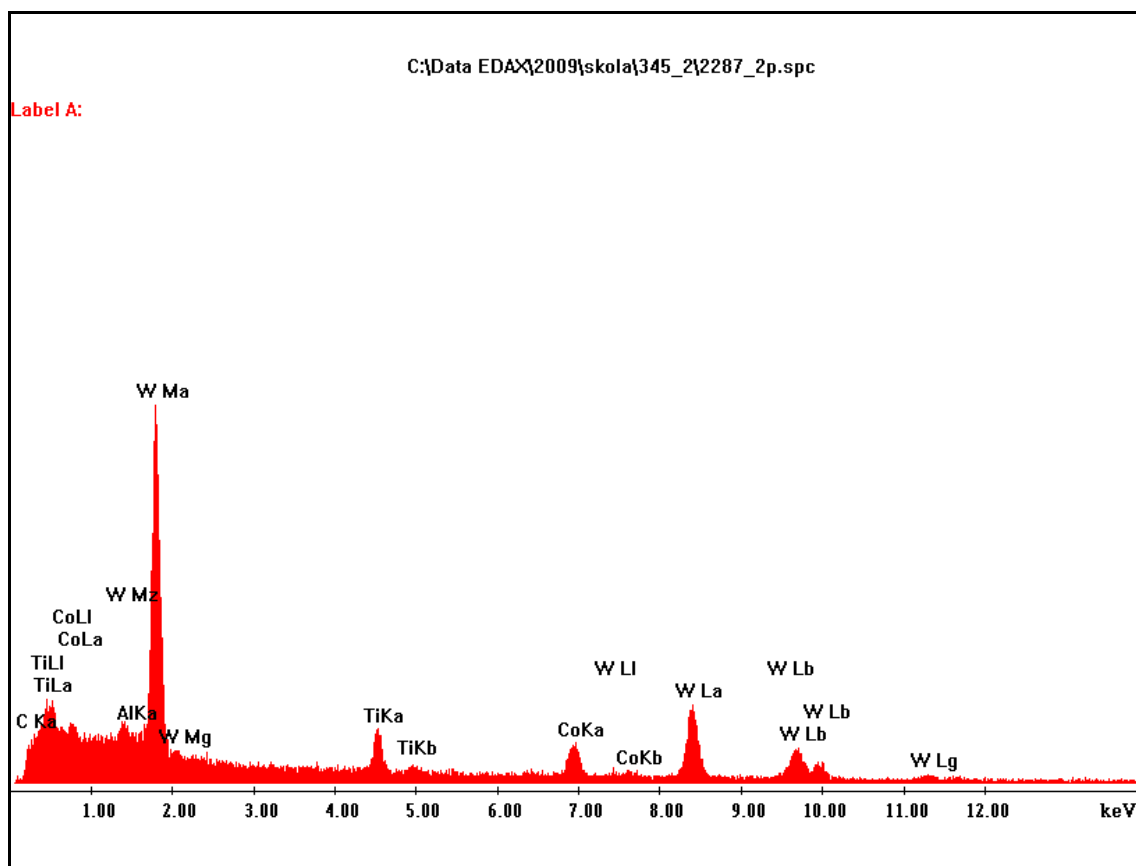


Obr. 63 Detail vzorku zvětšení 6500x (BSE)



Obr. 64 Fotografie místa chemického rozboru bod P2. Zvětšení 6500x (BSE)

Obr. 65 zachycuje chemické složení zkoumané plošky v grafickém znázornění.



Obr. 65 Chemický rozbor bod P2

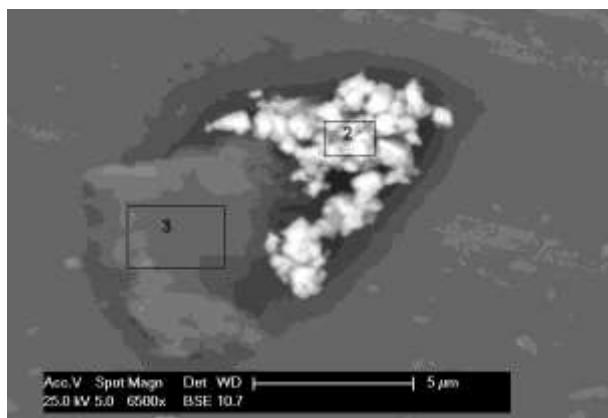
Chemický rozbor Ti6Al4V pro bod P3

Zjišťování chemického rozboru v bodě P3 ukázalo, že v tomto místě nejsou žádné nežádoucí cizí prvky, pouze hliník a titan, jak ukazuje tab. č. 9.

Tab. 9 Chemický rozbor povrchu P3

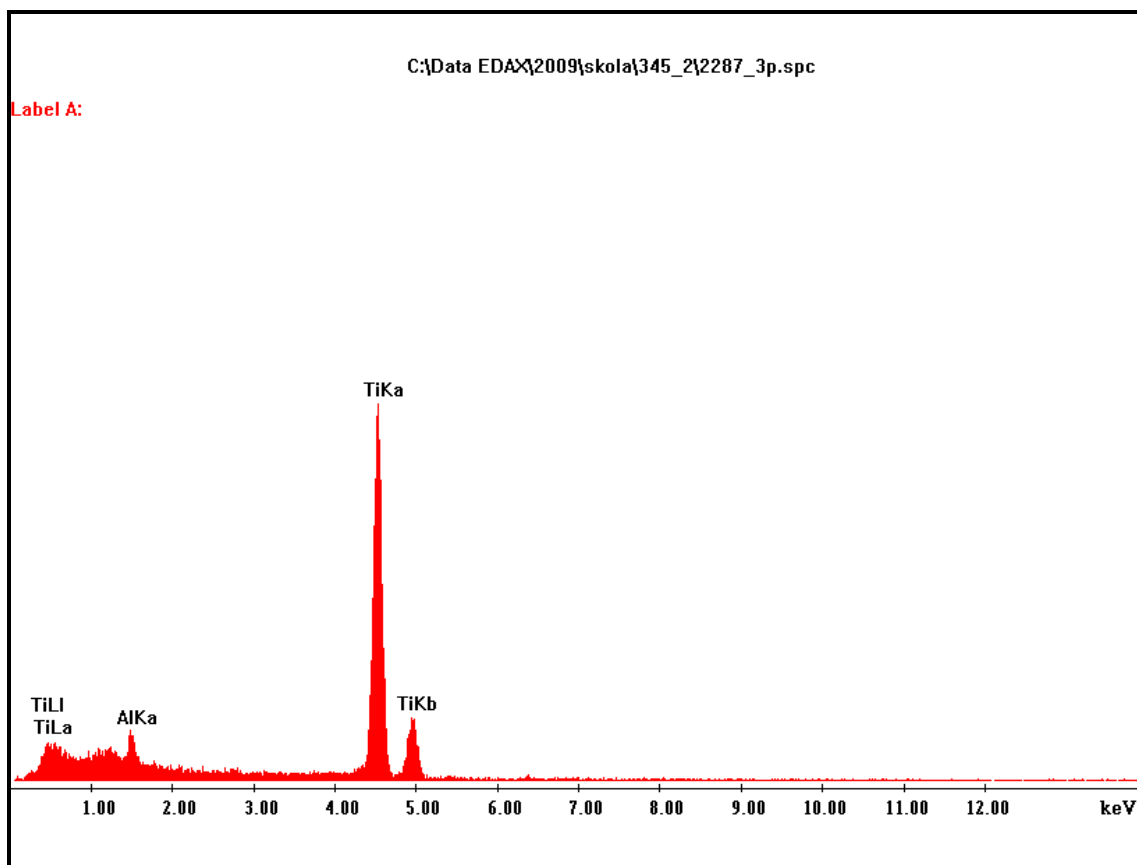
Chemický rozbor povrchu vzorku v bodě p3						
kV:25.00, Tilt:-1.10, Take-off:34.90, AmpT:50.0						
Detector Type:UTW-Sapphire, Resolution :135.75, Lsec :28						
EDAX ZAF Quantification, Standardless, Element Normalized SEC Table: Default						
Element	Wt%	At%	K-Ratio	Z	A	F
AlK	8,23	13,73	0,0339	1,0751	0,3818	1,0037
TiK	91,77	86,27	0,9019	0,9924	0,9903	1,0000
Total	100,000	100,000				
Element	Net Inte.	Bkgd Inte.	Inte. Error	P/B		
AlK	37,09	25,56	4,75	1,45		
TiK	576,96	5,84	0,79	98,86		

Na obr. č. 66 je znázorněn bod P3. Tento bod zobrazuje v kterém místě byl pořízen vzorek s následným vyhodnocením chemického složení.



Obr. 66 Fotografie místa chemického rozboru bod P3. Zvětšení 6500x (BSE)

Obr. 67 znázorňuje v grafické podobě chemické složení bodu P3, které je v hmotnostním a atomárním množství zaznamenané v tab. č. 9.



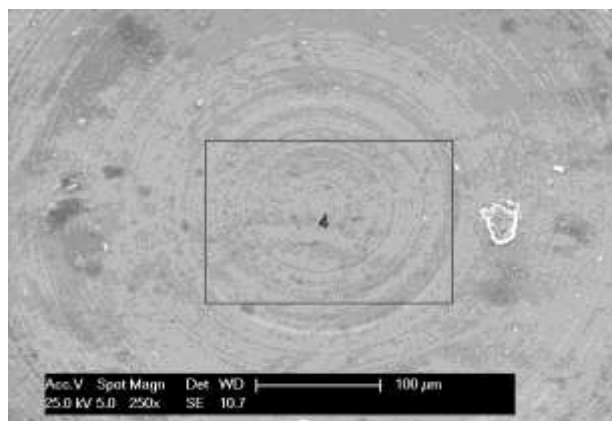
Obr. 67 Chemický rozbor bod P3

Chemický rozbor Ti6Al4V pro bod P4

Chemické složení zaznamenáno v tab. 10 opět neprokázalo zastoupení nežádoucích prvků v místě měření P4.

Tab. 10 Chemický rozbor povrchu P4

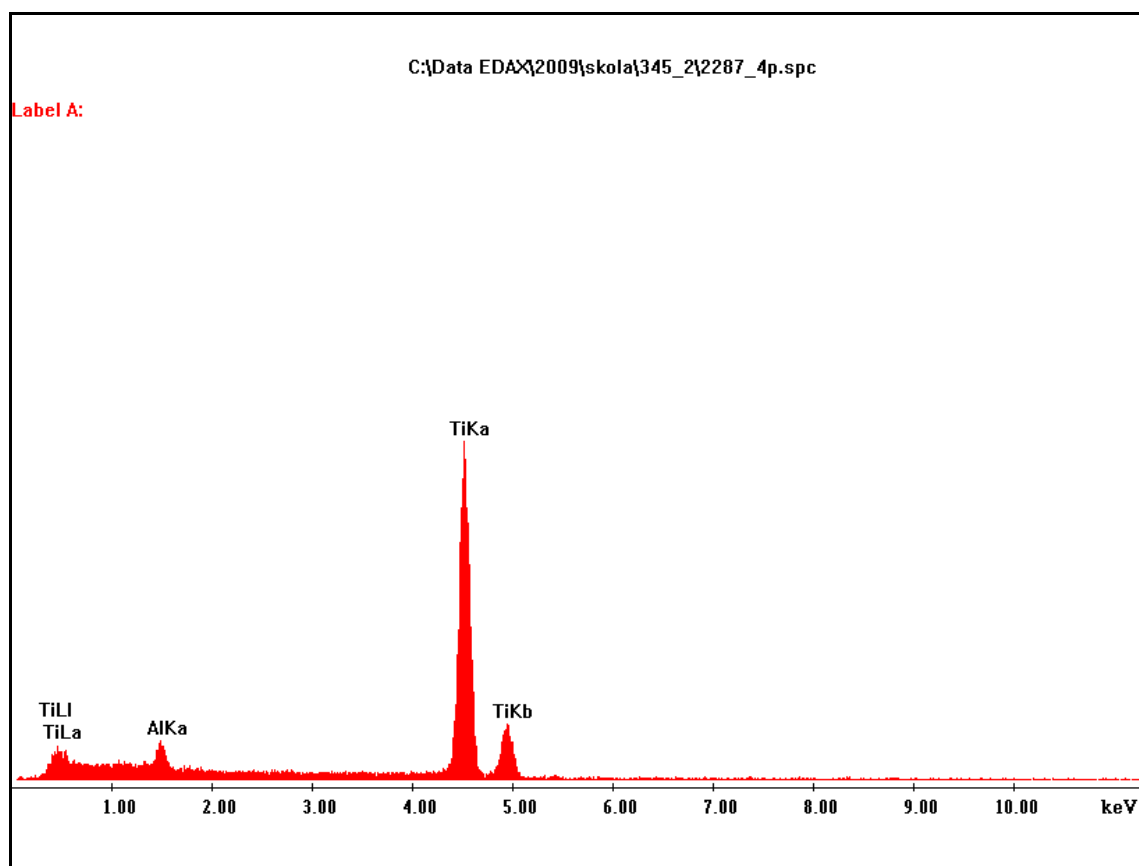
Chemický rozbor povrchu vzorku v bodě p4						
kV:25.00, Tilt:-1.10, Take-off:34.90, AmpT:50.0						
Detector Type:UTW-Sapphire, Resolution :135.75, Lsec :20						
EDAX ZAF Quantification, Standardless, Element Normalized SEC Table: Default						
Element	Wt%	At%	K-Ratio	Z	A	F
AlK	8,08	13,49	0,0332	1,0752	0,3814	1,0037
TiK	91,92	86,51	0,9036	0,9925	0,9905	1,0000
Total	100,000	100,000				
Element	Net Inte.	Bkgd Inte.	Inte. Error	P/B		
AlK	43,69	25,16	4,86	1,74		
TiK	694,27	6,05	0,84	114,77		



Obr. 68 Fotografie místa chemického rozboru bod P4. Zvětšení 250x (SE)

Na obr. 68 je znázorněno místo ve kterém se zjišťoval chemický rozbor titanové slitiny Ti6Al4V. Tato fotografie je pořízená s 250 násobným zvětšením.

Obr. 69 slouží jako grafický výsledek naměřených hodnot v bodě P4.



Obr. 69 Chemický rozbor bod P4

12.4 Měření drsnosti

V první fázi se měřily hodnoty drsnosti na titanových vzorcích *Ti* (broušený, kartáčovaný) a *Ti6Al4V* (bez povrchových úprav), viz kapitola 12.3.

V druhé fázi se měřily hodnoty drsnosti vypálených vrstev jednotlivých druhů smaltů, uvedených v kapitole 12.4.

Zjišťování drsnosti povrchu u jednotlivých druhů vzorků se provádělo na dotykovém profilometru značky Mitutoyo., který je zobrazen na obrázku č. 70.

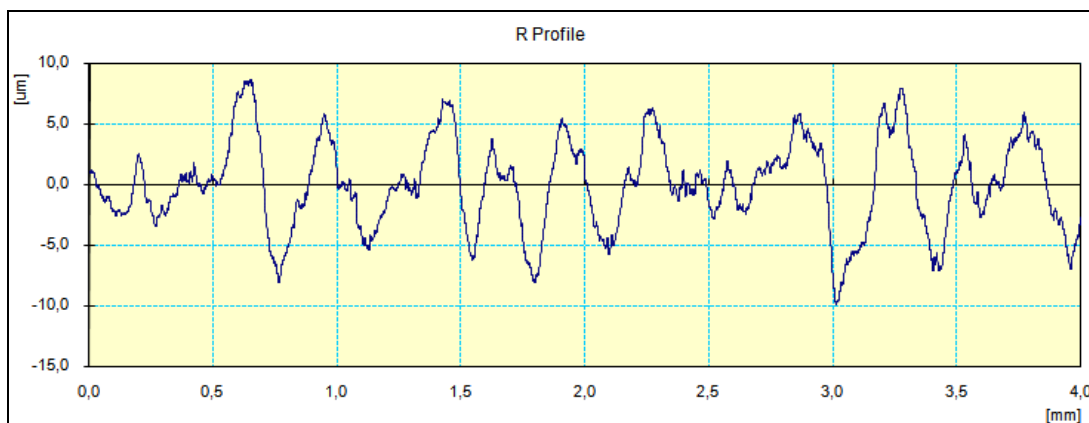


Obr. 70 Dotykový profilometr

12.4.1 Drsnost základních materiálů

Ti – broušený, kartáčovaný

Obr. 71 znázorňuje v grafické formě hodnoty drsnosti profilu broušeného vzorku.



Obr. 71 Profil drsnosti broušeného vzorku

Tab. 11 *Parametry měření*

Work Name	Sample	Operator	Mitutoyo
Measuring Tool	SurfTest SJ-301	Comment	Ver2.1
Standard	ISO 1997	L	4 mm
Profile	R	λc	0.8 mm
Range	AUTO	Filter	GAUSS
styl	us=STAND	Rv	7.94um
Ra	2.91um	Rsk	-0.09
Rz	15.15um	Rku	2.61
Rq	3.68um	RLo	0.809mm
Rp	7.21um		

V tabulce č. 11 jsou zaznamenány údaje o měření, hodnoty délky měřeného profilu (L), filtr profilu (λc), struktura povrchu (typu R) a výškové (amplitudové) parametry drsnosti, které jsou uvedeny v tab. 12.

Tab. 12 *Tabulka neměřených hodnot*

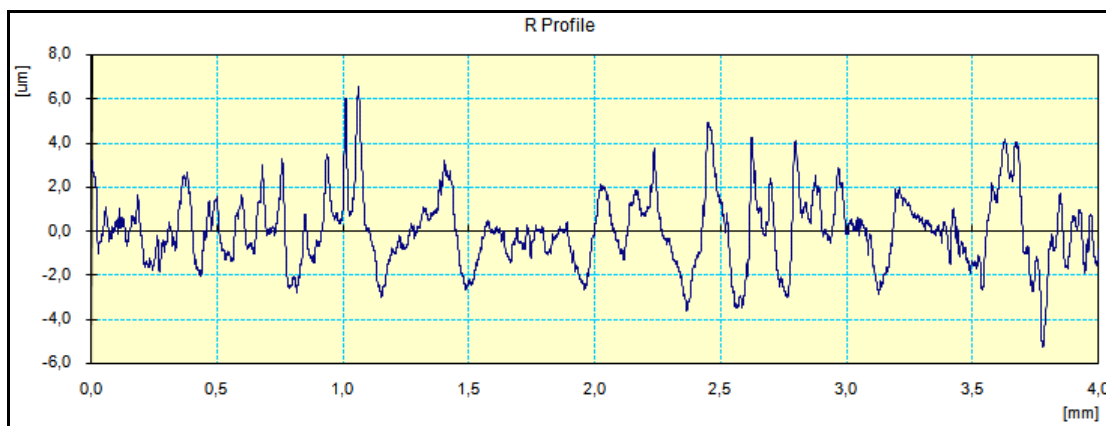
Parametry drsnosti Ti – broušený, kartáčovaný (ISO 5832-2)											
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	prů- měr
Ra[μm]	3,35	3,08	2,82	2,84	2,98	2,91	2,77	2,8	2,89	3,07	2,95
Rz[μm]	15,86	16,3 6	12,74	14,8	14,65	15,15	13,4	13,8	14,39	15,37	14,69
Rq[μm]	4,06	3,78	3,35	3,47	3,61	3,68	3,38	7,39	3,58	3,77	3,31
Rp[μm]	8,2	8,66	6,33	5,93	7,38	7,21	6,09	7,48	7,08	7,4	7,23
Rv[μm]	7,66	7,70	6,41	8,25	7,27	7,94	7,31	6,32	6,70	7,97	7,36
Rsk[-]	0,19	- 0,02	-0,02	-0,39	-0,08	-0,09	-0,27	0,25	0,25	-0,31	-
Rku[-]	2,61	2,57	2,17	2,56	2,54	2,61	2,41	2,51	2,62	2,58	2,52
RLo [mm]	0,811	0,81 1	0,810	0,811	0,808	0,809	0,807	0,810	0,810	0,811	0,809

Vyhodnocení Ti – broušený, kartáčovaný:

Průměrná drsnost tohoto vzorku se pohybuje kolem 2.9μm. Součinitel asymetrie Rsk vykazuje záporné hodnoty, což vypovídá o dobré vlastnosti nosnosti profilu. Povrch vzorku (rýhy a výstupky) jsou zaoblenějšího charakteru.

Ti 6Al4V – vyrobeno z kulatiny bez povrchových úprav

Obr. 72 znázorňuje v grafické podobě hodnoty drsnosti profilu vzorku vyrobeného z kulatiny bez povrchových úprav.



Obr. 72 Profil drsnosti vzorku bez povrchových úprav

V tabulce č. 13 jsou zaznamenány údaje o měření, hodnoty délky měřeného profilu (L), filtr profilu (λ_c), struktura povrchu (typu R) a výškové (amplitudové) parametry drsnosti, které jsou uvedeny v tab. 14.

Tab. 13 Parametry měření

Work Name	Sample	Operator	Mitutoyo
Measuring Tool	SurfTest SJ-301	Comment	Ver2.1
Standard	ISO 1997	L	4 mm
Profile	R	λ_c	0.8 mm
Range	AUTO	Filter	GAUSS
styl	us=STAND	Rv	3.63um
Ra	1.24um	Rsk	0.22
Rz	8.14um	Rku	3.26
Rq	1.61um	RLo	0.807mm
Rp	4.52um		

Tab. 14 Naměřené hodnoty drsnosti

Parametry drsnosti Ti – broušený, kartáčovaný (ISO 5832-2)											
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	prů_měr
Ra[μm]	1,23	1,21	1,24	1,25	1,29	1,34	1,26	1,23	1,23	1,22	1,25
Rz[μm]	8,44	7,39	8,14	7,48	8,77	8,31	7,5	6,93	7,94	6,95	7,79
Rq[μm]	1,59	1,52	1,61	1,55	1,68	1,67	1,57	1,51	1,57	1,53	1,58
Rp[μm]	4,78	4,29	4,52	4,24	5,10	4,89	4,11	3,76	4,16	3,71	4,36
Rv[μm]	3,66	3,10	3,63	3,24	3,66	3,42	3,39	3,17	3,78	3,25	3,43
Rsk[-]	0,48	0,34	0,22	0,32	0,36	0,25	0,25	0,09	0,05	0,28	+
Rku[-]	3,6	3,07	3,26	2,81	3,52	2,9	2,97	2,67	3,2	3,2	3,12
RLo [mm]	0,807	0,808	0,807	0,807	0,806	0,807	0,806	0,807	0,807	0,806	0,807

Vyhodnocení Ti 6Al4V – vyrobeno z kulatiny bez povrchových úprav:

Průměrné drsnost tohoto vzorku se pohybuje kolem 1,25 μm. Součinitel asymetrie Rsk vykazuje kladné hodnoty, to značí horší vlastnosti nosnosti profilu. Povrch vzorku (rýhy a výstupky) jsou ostřejšího charakteru.

12.5 Drsnost vypálené vrstvy smaltu

Naměřené výsledky drsnosti pro jednotlivé druhy smaltů a použitých základních materiálů, na které byly tyto smalty nanесeny jsou uvedeny v tabulkách 15 až 28.

Tab. 15 Základ jemný jíl 3% Ti6Al4V (3 min)

Parametry drsnosti								
	Ra [μm]	Rz [μm]	Rq [μm]	Rp [μm]	Rv [μm]	Rsk [-]	Rku [-]	RLo [mm]
1	3,36	15,36	4,12	8,18	7,18	0,07	2,35	0,835
2	4,64	19,26	5,39	11,91	7,36	0,73	2,63	0,831
3	3,69	19,01	4,65	13,32	5,69	1,16	3,78	0,835
4	3,95	17,75	4,71	10,98	6,77	0,02	2,52	0,833
5	3,74	19,11	4,76	12,37	6,74	0,72	3,07	0,833
6	4,1	19,02	4,93	12,21	6,81	0,69	2,73	0,837
7	3,87	16,68	4,61	9,6	7,08	0,48	2,74	0,831
8	3,72	16,26	4,66	10,00	6,25	0,52	2,67	0,833
9	4,75	19,90	5,56	10,65	9,25	0,29	2,09	0,829
10	2,9	19,26	3,59	8,9	6,07	0,29	2,49	0,831
σ	3,87	18,61	4,698	10,812	6,92	0,497	2,707	0,8328

Tab. 16 Základ jemný jíl 3% Ti broušený (8 min)

Parametry drsnosti								
	Ra [μm]	Rz [μm]	Rq [μm]	Rp [μm]	Rv [μm]	Rsk [-]	Rku [-]	RLo [mm]
1	3,22	16,63	3,95	9,75	6,87	0,54	2,66	0,837
2	2,71	16,05	3,4	9,43	6,62	0,76	3,32	0,842
3	2,98	16,03	3,69	9,99	6,04	0,51	2,97	0,838
4	3,17	18,16	3,96	10,74	7,42	0,55	3,3	0,842
5	3,17	18,87	4,02	12,8	6,07	1,2	3,78	0,840
6	2,86	17,15	3,79	11,22	5,9,	0,8	3,54	0,839
7	2,89	17,31	3,73	9,03	8,48	0,36	3,77	0,840
8	2,68	14,81	3,34	8,58	6,23	0,42	2,94	0,840
9	2,83	17,57	3,62	9,98	7,59	0,63	3,99	0,841
10	3,01	22,09	3,79	14,46	7,63	0,75	4,04	0,901
σ	2,952	17,467	3,729	10,598	6,994	0,652	3,431	0,846

Tab. 17 Základ + krycí kaolín T_4 8% Ti6Al4V (12 min)

Parametry drsnosti								
	Ra [μm]	Rz [μm]	Rq [μm]	Rp [μm]	Rv [μm]	Rsk [-]	Rku [-]	RLo [mm]
1	1	5,42	1,21	3,17	2,25	0,64	2,59	0,824
2	1,03	7,02	1,4	4,63	2,39	1,19	6,11	0,828
3	1,34	7,15	1,62	3,87	3,28	0,42	2,76	0,827
4	0,86	5,75	1,11	3,61	2,14	1,12	4,26	0,826
5	0,82	5,97	1,05	3,72	2,25	0,76	4,63	0,826
6	1,13	7,87	1,53	4,41	3,45	0,66	4,05	0,826
7	0,87	4,8	1,05	2,82	1,99	0,69	2,43	0,826
8	1,4	9,35	1,82	5,09	4,26	0,32	3,29	0,828
9	0,79	4,43	0,97	2,6	1,83	0,71	2,82	0,824
10	0,88	5,38	1,13	3,09	2,29	0,73	2,97	0,825
σ	1,012	6,314	1,289	3,701	2,613	0,724	3,591	0,826

Tab. 18 Základ + krycí kaolín T_4 8% Ti broušený (12 min)

Parametry drsnosti								
	Ra [μm]	Rz [μm]	Rq [μm]	Rp [μm]	Rv [μm]	Rsk [-]	Rku [-]	RLo [mm]
1	0,80	4,69	1,02	2,93	1,75	0,58	2,97	0,822
2	0,84	4,31	1,05	2,48	1,83	0,77	2,69	0,823
3	0,82	4,25	1,04	2,47	1,79	0,63	2,95	0,822
4	0,88	4,58	1,12	2,45	1,63	0,59	3,0	0,822
5	0,86	4,26	1,05	2,42	1,33	0,95	2,92	0,822
6	0,89	5,3	1,11	3,05	2,25	0,75	3,3	0,822
7	0,84	4,43	1,03	2,73	1,70	0,73	2,66	0,823
8	0,87	4,81	1,09	3,07	1,73	0,96	2,95	0,822
9	0,94	4,48	1,14	2,5	1,97	0,53	2,29	0,822
10	0,86	4,68	1,13	2,42	1,76	0,53	3,1	0,823
σ	0,86	4,579	1,078	2,652	1,774	0,702	2,883	0,822

Tab. 19 Základ kaolín T_4 6% Ti broušený (12 min)

Parametry drsnosti								
	Ra [μm]	Rz [μm]	Rq [μm]	Rp [μm]	Rv [μm]	Rsk [-]	Rku [-]	RLo [mm]
1	1,65	8,46	2,15	3,0	3,36	0,18	2,74	0,809
2	0,49	2,51	0,67	1,57	0,94	0,67	3,72	0,802
3	0,81	4,01	1,05	2,03	1,92	-0,34	2,87	0,820
4	0,63	3,22	0,92	1,87	1,35	0,03	3,0	0,802
5	0,82	3,59	1,04	1,76	1,83	-0,34	2,58	0,802
6	0,75	3,7	0,97	1,75	1,95	-0,01	2,85	0,802
7	0,79	4,41	1,05	2,73	1,68	0,04	3,72	0,819
8	0,78	3,37	0,99	1,88	1,49	-0,69	2,83	0,802
9	1,36	6,54	1,76	3,58	2,95	0,47	3,31	0,802
10	0,72	3,99	0,99	2,36	1,64	-0,17	3,19	0,815
σ	8,899	4,38	1,159	2,253	1,911	-0,016	3,081	0,808

Tab. 20 Základ kaolín T_4 6% Ti6Al4V (12 min)

Parametry drsnosti								
	Ra [μm]	Rz [μm]	Rq [μm]	Rp [μm]	Rv [μm]	Rsk [-]	Rku [-]	RLo [mm]
1	0,63	3,87	0,91	2,40	1,97	0,42	2,99	0,820
2	0,88	4,67	1,16	2,91	1,75	0,5	3,05	0,818
3	0,84	5,91	1,06	2,18	1,73	-0,12	2,6	0,818
4	1,21	4,83	1,4	2,76	2,13	0,42	2,05	0,820
5	1,06	5,57	1,42	2,98	2,59	0,26	3,23	0,817
6	0,72	3,37	0,94	2,58	1,2	0,81	2,85	0,818
7	4,42	6,76	1,87	3,21	3,55	0,11	2,83	0,818
8	1,02	4,95	1,34	2,60	2,36	-0,81	3,13	0,819
9	0,73	3,52	0,97	2,42	1,1	0,41	3,35	0,818
10	0,66	3,34	0,87	2,08	1,26	0,24	3,13	0,819
σ	1,217	4,679	1,194	2,612	1,964	0,224	2,921	0,819

Tab. 21 Základ kaolín T_3 6% Ti broušený (12 min)

Parametry drsnosti								
	Ra [μm]	Rz [μm]	Rq [μm]	Rp [μm]	Rv [μm]	Rsk [-]	Rku [-]	RLo [mm]
1	1,01	4,64	1,23	2,64	2,01	0,26	2,47	0,817
2	0,88	3,98	1,07	2,3	1,68	0,37	2,56	0,814
3	1,13	5,38	1,37	3,22	2,15	0,36	2,41	0,816
4	0,96	4,12	1,18	2,34	1,79	0,21	2,54	0,818
5	1,39	6,92	1,74	3,54	3,38	0,11	2,59	0,821
6	2,61	7,79	1,4	4,61	1,18	0,28	2,59	0,815
7	1,53	7,28	1,8	3,72	3,56	0,1	2,44	0,821
8	0,96	5,26	1,27	3,35	1,92	0,82	3,22	0,822
9	1,02	5,21	1,3	3,06	2,15	0,56	3,08	0,819
10	1,45	6,31	1,87	4,15	2,16	0,49	2,93	0,822
σ	1,294	5,689	1,423	3,293	2,198	0,356	2,683	0,819

Tab. 22 Základ kaolín T_3 6% Ti6Al4V (12 min)

Parametry drsnosti								
	Ra [μm]	Rz [μm]	Rq [μm]	Rp [μm]	Rv [μm]	Rsk [-]	Rku [-]	RLo [mm]
1	0,83	4,63	1,06	3,05	1,58	1,0	4,92	0,822
2	0,80	3,94	0,97	2,41	1,54	0,75	2,39	0,822
3	1,11	6,41	1,42	2,68	3,73	0,21	3,29	0,822
4	1,24	5,45	1,47	3,18	2,27	0,66	2,13	0,823
5	0,92	4,95	1,22	3,06	1,89	0,35	3,16	0,820
6	0,88	4,41	1,12	2,76	1,64	0,72	2,61	0,823
7	0,83	4,3	1,07	2,65	1,65	0,55	3,0	0,822
8	0,95	5,88	1,27	4,13	1,75	1,1	4,28	0,823
9	0,81	4,43	1,0	2,85	1,58	0,96	2,67	0,823
10	0,73	4,1	0,9	2,65	1,45	1,16	3,09	0,823
σ	0,91	4,85	1,15	2,942	1,908	0,746	3,154	0,822

Tab. 23 Základ+krycí, jemný FERRO 6% jíl Ti6Al4V (8 min)

Parametry drsnosti								
	Ra [μm]	Rz [μm]	Rq [μm]	Rp [μm]	Rv [μm]	Rsk [-]	Rku [-]	RLo [mm]
1	4,34	16,99	5,08	9,63	7,36	0,05	2,10	0,827
2	3,6	15,55	4,35	7,87	7,63	-0,22	2,81	0,830
3	3,13	14,52	3,57	8,63	5,89	0,15	2,27	0,828
4	3,08	11,63	3,5	6,84	4,79	0,35	1,92	0,826
5	2,32	11,26	3,10	7,45	3,81	0,26	1,16	0,826
6	2,83	11,66	3,25	6,57	5,09	0,12	1,95	0,826
7	2,37	9,78	2,87	5,94	3,83	0,18	2,37	0,824
8	2,36	9,58	2,82	5,49	4,09	0,1	2,21	0,826
9	2,39	10,02	2,9	6,16	3,86	0,17	2,46	0,824
10	2,88	13,13	3,55	8,09	5,04	0,54	2,78	0,827
σ	2,93	12,412	3,499	7,267	5,139	0,17	2,203	0,826

Tab. 24 Základ+krycí, jemný FERRO 6% jíl Ti6Al4V (8 min)

Parametry drsnosti								
	Ra [μm]	Rz [μm]	Rq [μm]	Rp [μm]	Rv [μm]	Rsk [-]	Rku [-]	RLo [mm]
1	1,66	10,49	2,14	6,19	4,3	0,47	3,7	0,816
2	1,67	11,35	2,21	6,03	5,32	0,4	3,92	0,828
3	2,35	11,79	2,84	7,11	4,67	0,76	2,78	0,826
4	2,22	10,2	2,65	5,83	4,31	0,65	2,4	0,828
5	2,09	12,71	2,72	8,23	4,48	0,98	3,86	0,830
6	1,5	7,87	1,81	4,71	3,16	0,76	2,66	0,826
7	2,31	12,96	2,97	6,38	6,58	0,3	3,59	0,830
8	2,20	12,19	2,76	6,89	5,3	0,51	2,97	0,827
9	1,72	10,56	2,25	5,86	4,75	0,76	4,9	0,822
10	1,92	11,80	2,5	7,78	4,02	0,93	3,94	0,817
σ	1,964	11,192	2,485	6,501	4,689	0,652	3,472	0,825

Tab. 25 Základ+krycí klasika 8% jíl Ti6Al4V (8 min)

Parametry drsnosti								
	Ra [μm]	Rz [μm]	Rq [μm]	Rp [μm]	Rv [μm]	Rsk [-]	Rku [-]	RLo [mm]
1	2,58	15,05	3,17	8,36	6,68	0,21	2,53	0,836
2	2,57	14,23	3,28	8,14	6,09	0,34	3,13	0,824
3	2,4	14,6	2,99	7,3	7,3	0,12	2,93	0,834
4	3,11	18,76	3,84	9,10	8,86	0,32	3,13	0,838
5	2,52	15,45	3,15	8,29	7,17	0,28	3,13	0,841
6	2,74	16,25	3,6	10,04	6,22	0,34	3,23	0,884
7	2,55	16,31	3,31	9,43	7,08	0,24	3,91	0,836
8	2,6	16,13	3,36	9,89	6,3	0,68	3,62	0,835
9	2,72	18,64	3,58	9,87	10,77	0,37	3,58	0,840
10	3,07	16,12	3,85	10,26	5,86	0,63	2,9	0,841
σ	2,686	16,154	3,413	9,068	7,233	0,353	3,209	0,841

Tab. 26 Základ+krycí klasika 8% jíl Ti (8 min)

Parametry drsnosti								
	Ra [μm]	Rz [μm]	Rq [μm]	Rp [μm]	Rv [μm]	Rsk [-]	Rku [-]	RLo [mm]
1	0,99	6,22	1,37	3,84	2,38	0,54	3,75	0,823
2	1,41	7,15	1,79	4,98	2,16	0,72	3,22	0,825
3	1,60	8,43	2,05	4,32	4,11	-0,03	3,23	0,826
4	1,10	6,03	1,50	3,64	2,39	0,49	3,34	0,822
5	0,75	4,06	0,94	2,31	1,75	0,38	3,28	0,826
6	0,98	7,14	1,36	5,0	2,14	1,28	6,8	0,824
7	0,69	5,96	0,9	2,24	1,72	0,17	3,46	0,825
8	0,8	4,93	0,96	3,02	1,91	0,68	2,81	0,825
9	0,77	5,06	1	3,14	1,92	1,11	3,58	0,824
10	0,81	5,79	1,08	3,42	2,37	0,95	3,9	0,824
σ	0,99	6,077	1,295	3,591	2,285	0,629	3,737	0,824

Tab. 27 Základ+krycí, klasika, 8% jíl Ti broušený (8 min)

Parametry drsnosti								
	Ra [μm]	Rz [μm]	Rq [μm]	Rp [μm]	Rv [μm]	Rsk [-]	Rku [-]	RLo [mm]
1	2,13	11,96	2,6	6,96	5,06	0,77	2,67	0,831
2	3,57	16,67	4,2	8,04	8,62	0,03	2,37	0,819
3	2,3	13,82	2,96	7,52	6,29	0,09	3,26	0,831
4	2,14	12,23	2,61	6,5	5,73	0,21	2,46	0,829
5	2,35	13,35	2,98	5,69	7,87	-0,53	3,79	0,818
6	2,35	14,34	3,04	7,38	6,96	0,25	4,3	0,823
7	3,02	13,76	3,6	7,33	6,43	-0,01	2,23	0,830
8	3,51	22,18	4,66	7,00	15,19	-0,85	5,09	0,833
9	2,87	13,34	3,45	7,19	6,15	0,15	2,33	0,826
10	2,58	12,49	3,14	6,97	5,01	0,47	2,49	0,827
σ	2,682	14,414	3,324	7,058	7,331	0,058	3,099	0,827

Tab. 28 Základ klasický 6% jíl Ti broušený (10 min)

Parametry drsnosti								
	Ra [μm]	Rz [μm]	Rq [μm]	Rp [μm]	Rv [μm]	Rsk [-]	Rku [-]	RLo [mm]
1	1,31	6,81	1,59	4,36	2,45	0,7	3,08	0,823
2	1,92	8,93	2,38	5,14	3,79	0,41	2,59	0,823
3	1,72	8,73	2,15	5,46	3,25	0,62	2,69	0,823
4	2,28	12,61	3,03	8,27	4,34	0,52	3,75	0,823
5	1,69	8,85	2,26	5,83	3,01	0,29	2,97	0,824
6	1,02	5,23	1,24	2,96	2,26	0,18	2,53	0,821
7	1,4	6,92	1,8	3,71	3,22	0,06	3,39	0,821
8	1,59	7,25	1,94	4,21	3,14	0,19	2,65	0,821
9	2,68	9,71	2,63	6,37	3,34	0,43	3,03	0,824
10	1,6	6,78	1,95	3,93	2,85	0,48	3,21	0,806
σ	1,721	8,182	2,097	5,024	3,165	0,388	2,989	0,821

12.6 Měření tloušťky smaltového povlaku

Měření tloušťky smaltového povlaku na zkušebních vzorcích se provádělo pomocí elektronického měřicího přístroje Elcometer 456 (obr. 73).



Obr. 73 Elcometer 456 s vestavěnou sondou

Tento digitální tloušťkoměr funguje na bázi přijímání elektromagnetických vln odražených od kovového povrchu základního materiálu. Měření tloušťky smaltového povlaku na zkušebních vzorcích probíhá na principu přiložení přístroje na povrch měřeného vzorku. Na displeji se zobrazí naměřená hodnota tloušťky dané vrstvy. Měření podle této metody je uvedeno v normě ČSN EN ISO 2808.

Naměřené a vypočtené průměrné hodnoty jednotlivých nanesených vrstev jsou uvedeny v tabulkách č. 29 a 30.

Tab. 29 Tloušťky smaltových povlaků na slitině titanového vzorku (Ti6Al4V)

Označení základní a krycí vrstvy	Průměrná hodnota tloušťky vrstvy [μm]
smalt základní klasický jí 6%, smalt krycí klasický jí 8%	427
smalt základní, klasický jí 6%,	246
smalt základní jemný jí (F) 3%, smalt krycí jemný jí(F) 6%	411
smalt základní, kaolin T3 6%	298
smalt základní kaolin T3 6%, smalt krycí kaolin T3 8%	458
smalt základní kaolin T4 6%	187
smalt základní kaolin T4 6%, smalt krycí kaolin T4 8%	336
smalt základní jemný jí (F) 3%,	305

Tab. 30 Tloušťky smaltových povlaků na titanovém vzorku

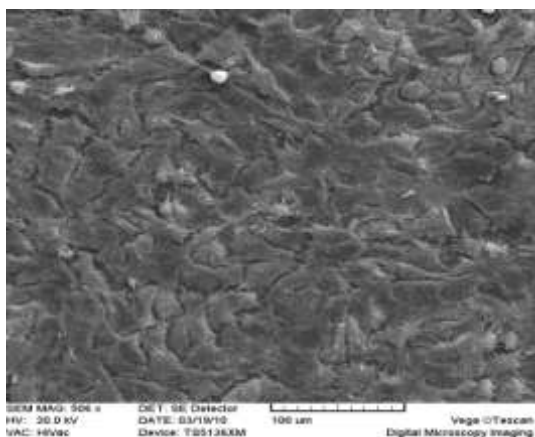
Označení základní a krycí vrstvy	Průměrná hodnota tloušťky vrstvy [μm]
smalt základní, klasický jí 6%	257
smalt základní klasický jí 6%, smalt krycí klasický jí 8%	448
smalt základní, kaolin T3 6%	342
smalt základní jemný jí(F) 3%, smalt krycí, jí jemný(F)6%,	513
smalt základní jemný jí (F) 3%	323
smalt základní kaolin T4 6%, smalt krycí kaolin T4 8%	350
smalt základní kaolin T4 6%	184
smalt základní kaolin T3 6%, smalt krycí kaolin T3 8%	590

12.7 Rozmnožování buněk na povrchu zkoumaných smaltů

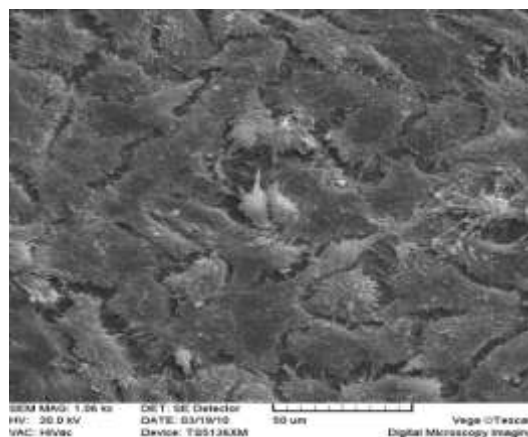
Na zvolené typy vypálených smaltových povlaků se nanasla buněčná kultura pod typovým označením MG – 63 (20 000b/ml). Tyto buňky se nechaly ve sterilizovaném prostředí rozmnožovat (kultivovat) po dobu 72 hodin na posmaltovaných titanových vzorcích.

Následně se provedla mikroskopická analýza (SEM) těchto vzorků s cílem prozkoumat, jaký druh použitých smaltů je pro rozmnožování buněk nejvhodnější. Z výše uvedeného se pořídily fotografie, které jsou uvedeny v této práci, viz obr. 76 – 139.

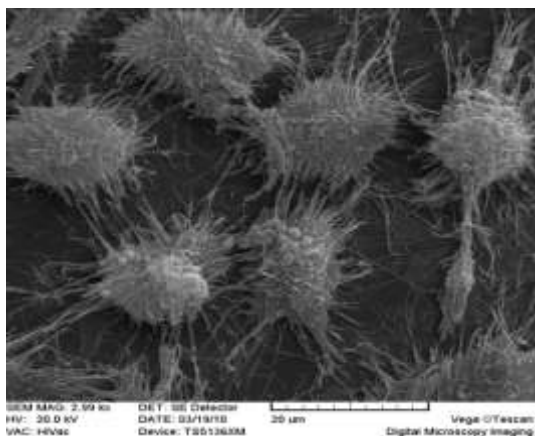
Pro představu, jak by měly vypadat zkoumané povrchy smaltů, na jejichž površích dochází k hojnému buněčnému dělení, se jako porovnávací vzor použilo tzv. kontrolní sklo, na kterém byla nasazena stejná buněčná kultura jako na zkoumaných vzorcích. (viz obr. 74 – 77).



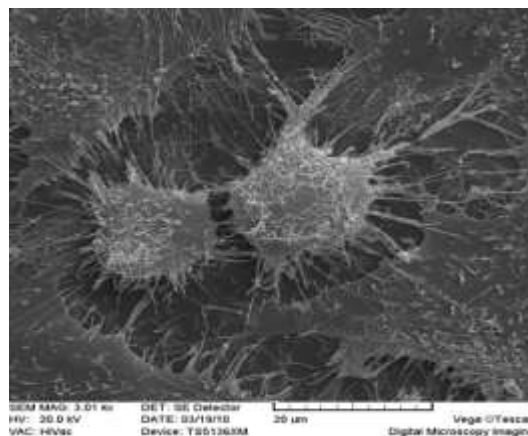
Obr. 74 Buněčná kultura se zvětšením
2 dílky = 100 μm



Obr. 75 Buněčná kultura se zvětšením
2 dílky = 50 μm



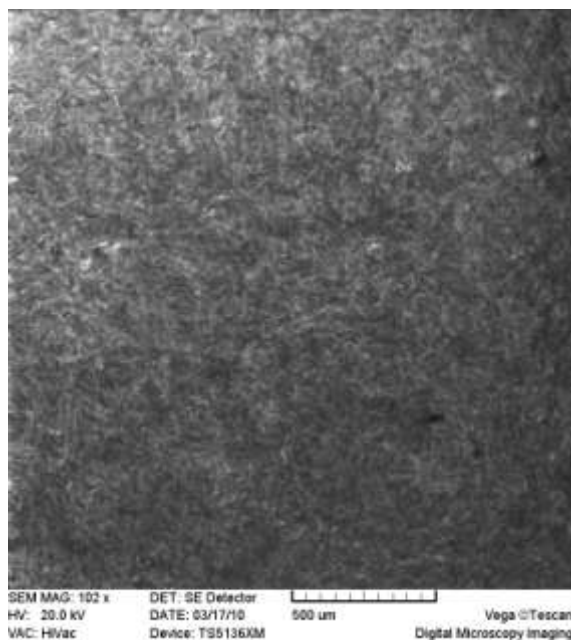
Obr. 76 Buněčná kultura se zvětšením
2 dílky = 20 μm



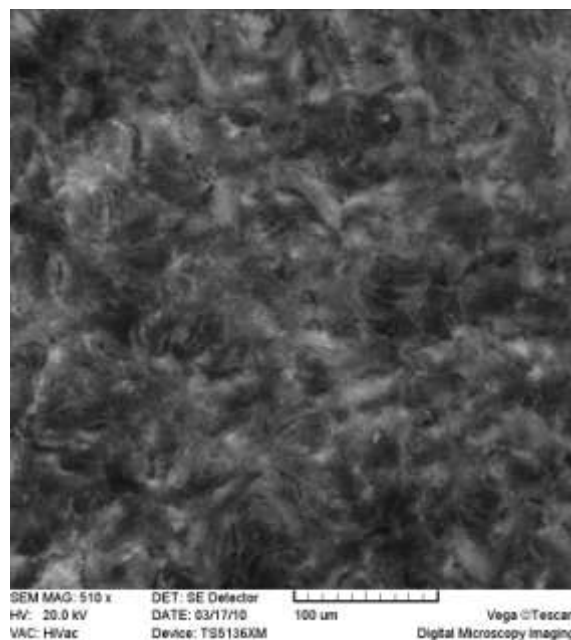
Obr. 77 Buněčná kultura se zvětšením
2 dílky = 20 μm

12.7.1 Smalt základní klasický jíl 6%, smalt krycí klasický jíl 8%, Ti6Al4V

Na obrázcích 78 a 79 vidíme buněčnou kulturu adherovanou na povrchu základního materiálu. Lze zde pozorovat kontinuální rozptřeni buněk po povrchu vzorku.

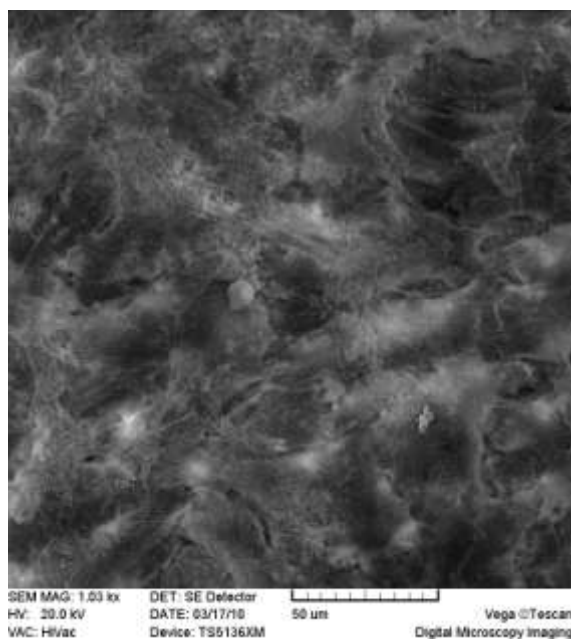


Obr. 78 *Buněčná kultura se zvětšením
2 dílky = 500μm*

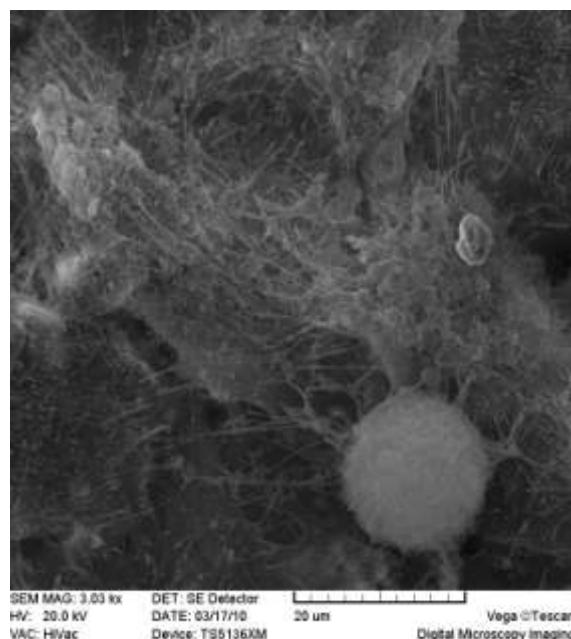


Obr. 79 *Buněčná kultura se zvětšením
2 dílky = 100μm*

Obrázek 80 zachycuje nepatrnou cytoplazmatickou vychlípeninu, která naznačuje, že buňkám na povrchu vzorku něco nevyhovuje. Obr. 81 zachycuje buňku vstupující do mitózy.



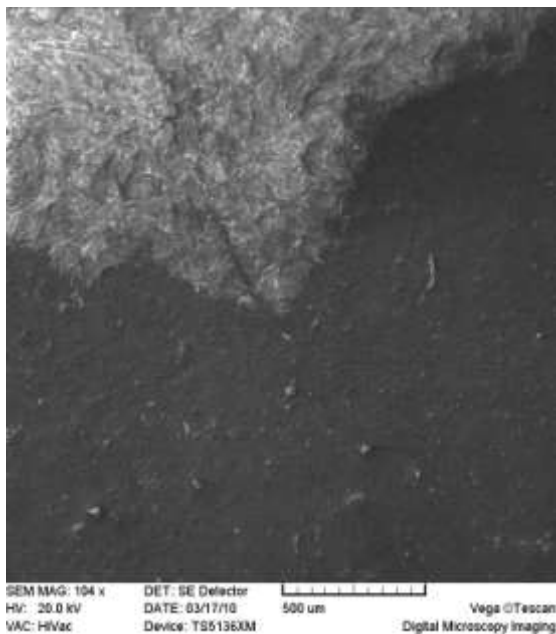
Obr. 80 *Buněčná kultura se zvětšením
2 dílky = 50μm*



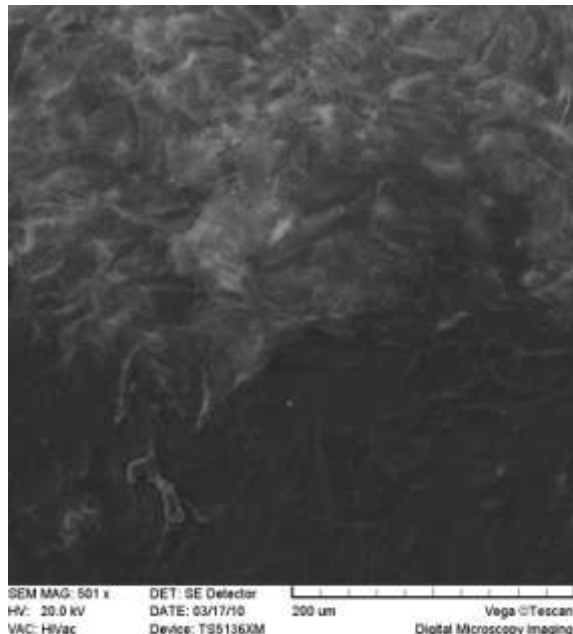
Obr. 81 *Buněčná kultura se zvětšením
2 dílky = 20μm*

12.7.2 Smalt zákl. jemný jíl (F) 3%, smalt krycí jemný jíl(F) 6%, Ti6Al4V

Obr. 82 a 83 zachycují okraj vzniklé kolonie, nanesené buněčné kultury, což se dá považovat za první znaky poukazující na nepříliš vhodně zvolené chemické složení smaltéřské suspenze.

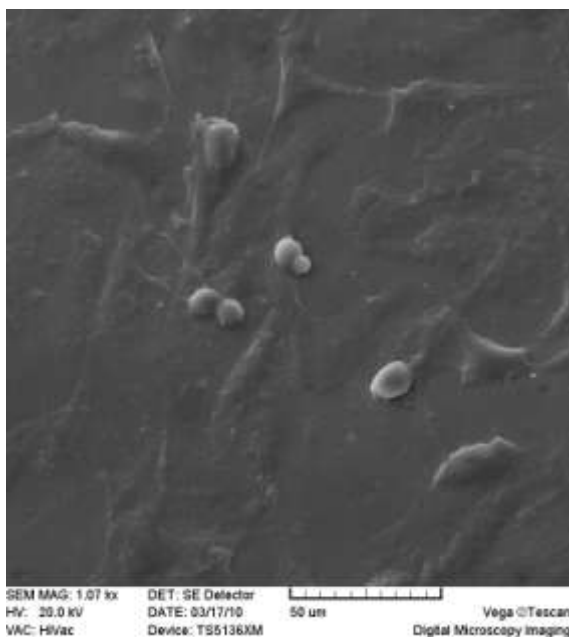


Obr. 82 *Buněčná kultura se zvětšením
2 dílky = 500 μ m*

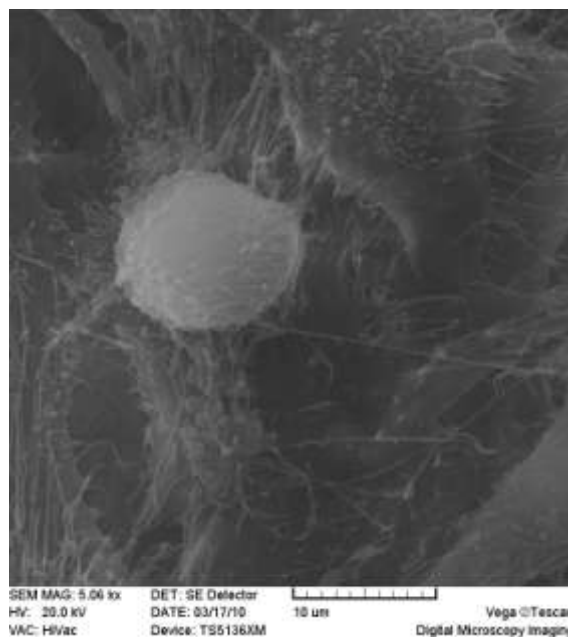


Obr. 83 *Buněčná kultura se zvětšením
2 dílky = 200 μ m*

Na obr. 84 a 85 pozorujeme tenké cytoplazmatické výběžky, pomocí nichž buňky komunikují, vyměňují si informace a metabolity.



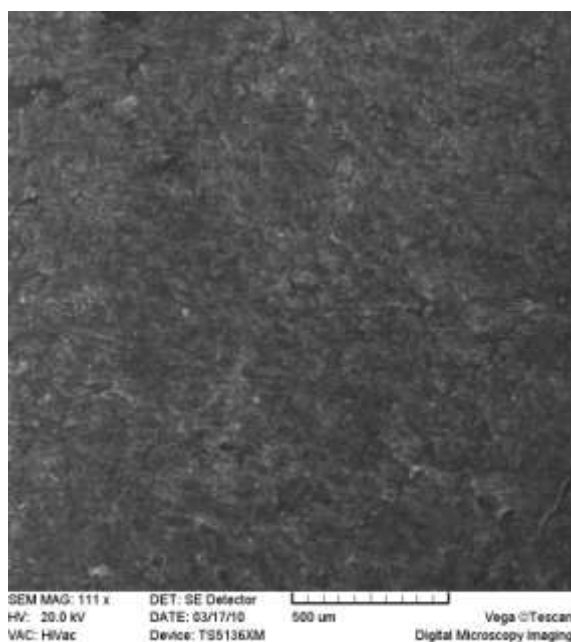
Obr. 84 *Buněčná kultura se zvětšením
2 dílky = 50 μ m*



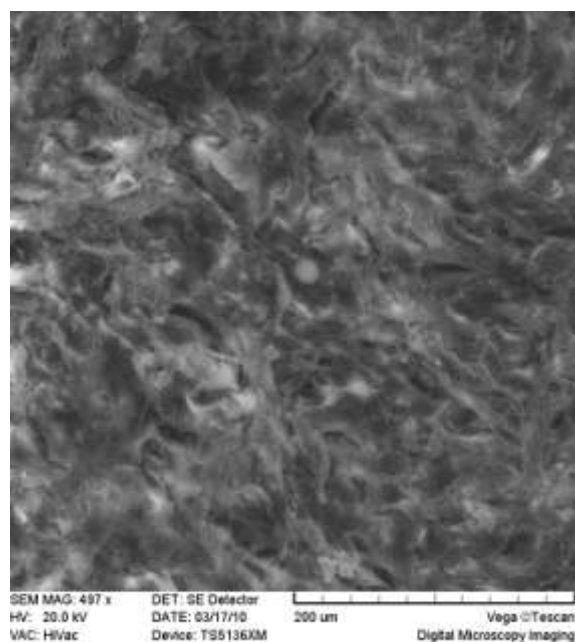
Obr. 85 *Buněčná kultura se zvětšením
2 dílky = 20 μ m*

12.7.3 Smalt základní, klasický jíl 6%, Ti6Al4V

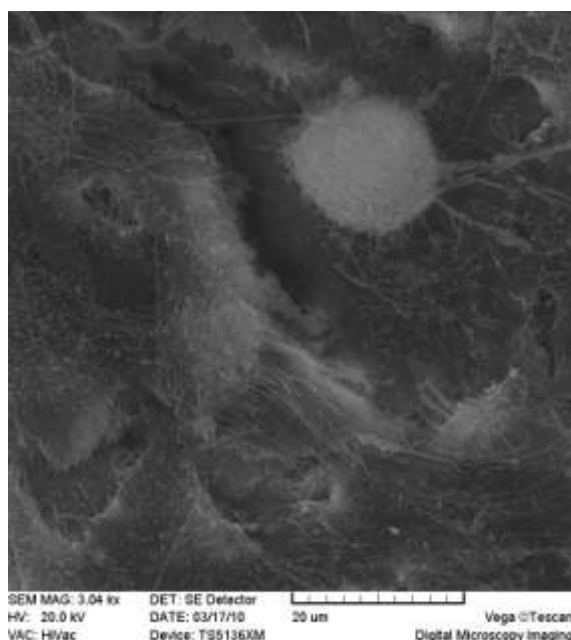
Na obrázcích 86 až 89 jsou zobrazeny buňky, které díky svému udržování kontaktů se sousedními buňkami, tvoří tzv. biofilm.



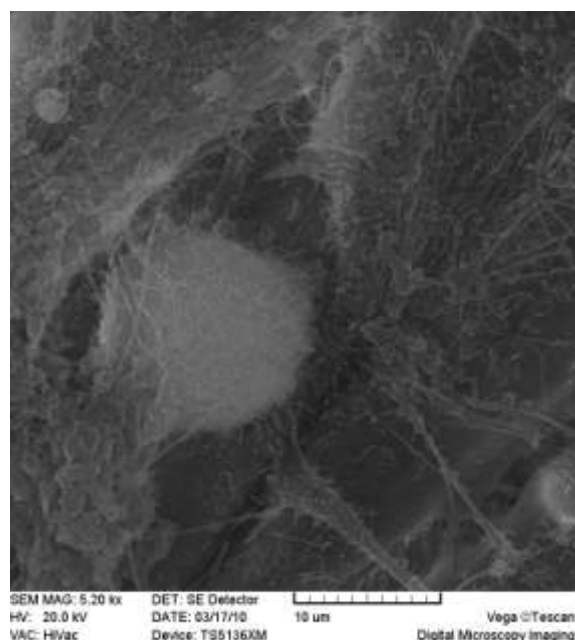
Obr. 86 *Buněčná kultura se zvětšením
2 dílky = 500μm*



Obr. 87 *Buněčná kultura se zvětšením
2 dílky = 200μm*



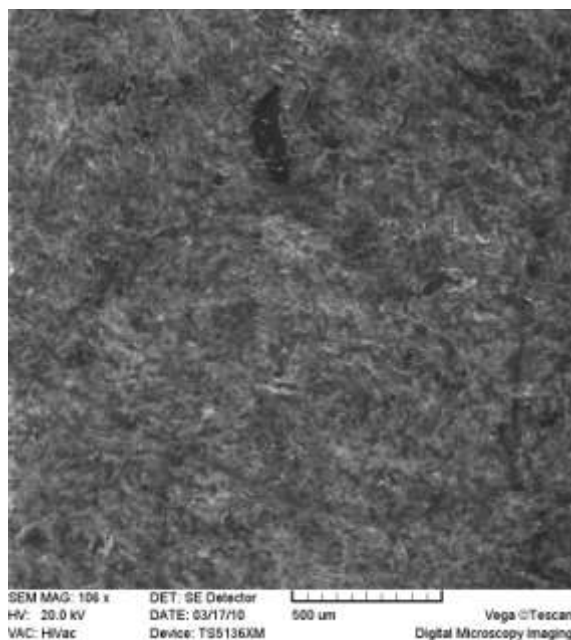
Obr. 88 *Buněčná kultura se zvětšením
2 dílky = 20μm*



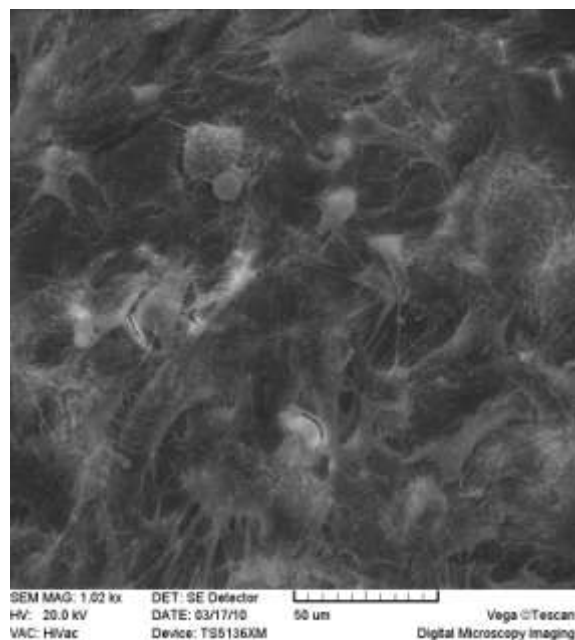
Obr. 89 *Buněčná kultura se zvětšením
2 dílky = 10μm*

12.7.4 Smalt základní, kaolin T3 6%, Ti6Al4V

Obr. 90 se zobrazuje buněčnou kulturu s drobnými nedostatky při pokrývání zkoumaného povrchu.

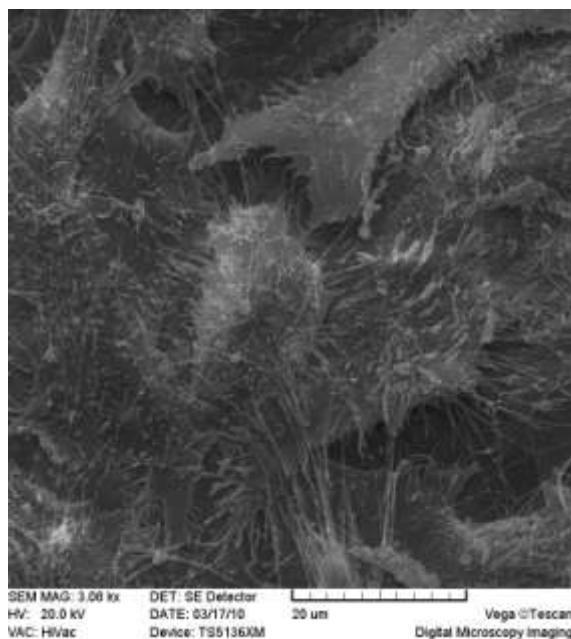


Obr. 90 *Buněčná kultura se zvětšením
2 dílky = 500 μ m*

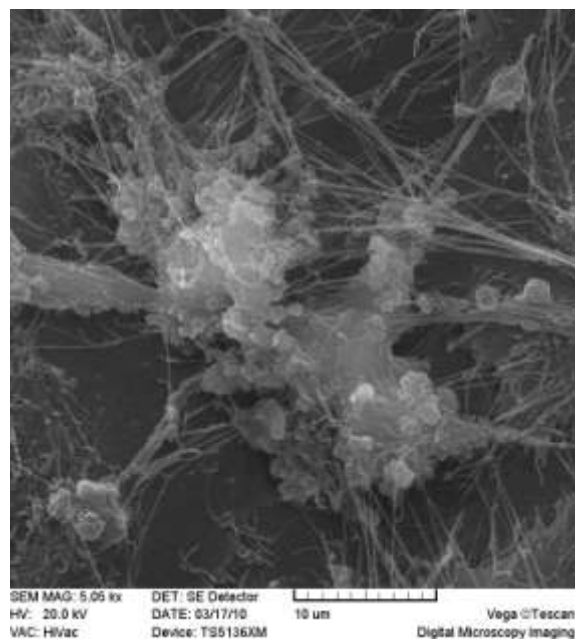


Obr. 91 *Buněčná kultura se zvětšením
2 dílky = 50 μ m*

Po přiblížení zkoumaného povrchu (obr. 91 až 93) se začnou projevovat špatné morfologické změny. Buněčná síť vykazuje známky patologického charakteru. Tento jev je ze vši pravděpodobnosti zapříčiněn reakcí buněk na použitý druh kaolínu.



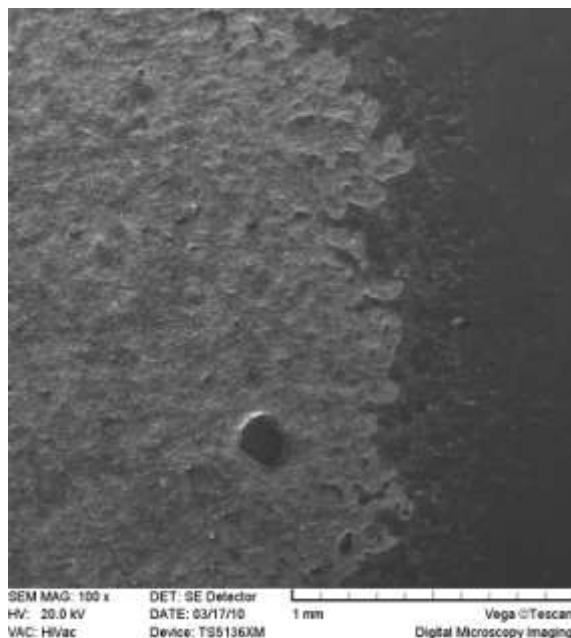
Obr. 92 *Buněčná kultura se zvětšením
2 dílky = 20 μ m*



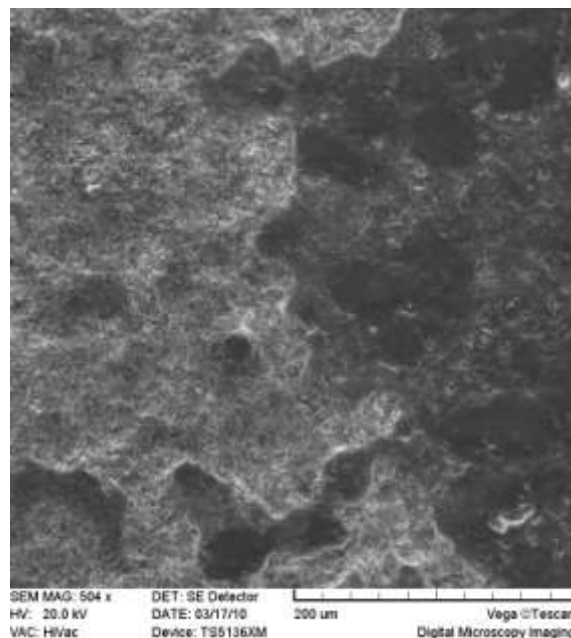
Obr. 93 *Buněčná kultura se zvětšením
2 dílky = 10 μ m*

12.7.5 Smalt základní kaolin T3 6%, smalt krycí kaolin T3 8%, Ti6Al4V

U tohoto druhu vzorku je již při minimálním zvětšení patrné, že buňky na zvoleném povrchu odumírají (obr. 94,95 a 96).

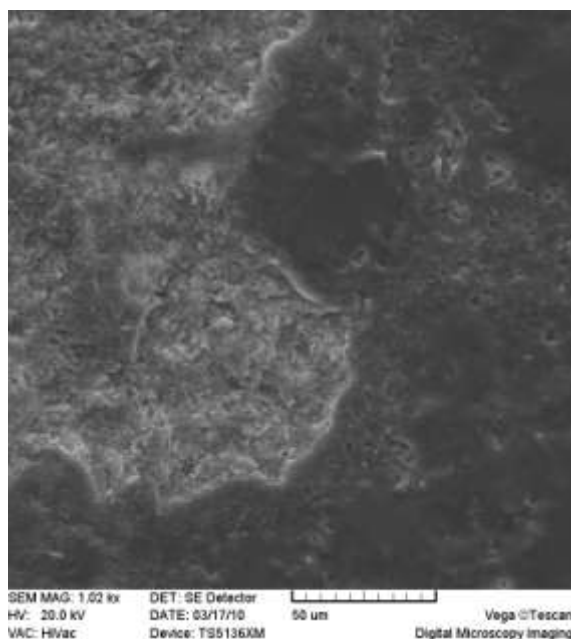


Obr. 94 Buněčná kultura se zvětšením
2 dílky = 1mm

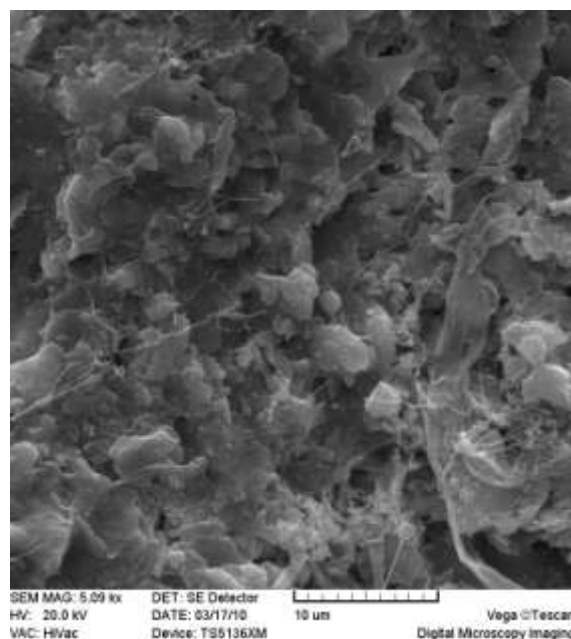


Obr. 95 Buněčná kultura se zvětšením
2 dílky = 200μm

Z obr. 97 je patrné, že charakter živé vrstvy je změně. Nedochozí zde k žádnému dělení buněk. Tyto změny vyvolávající patologické pochody buněk jsou se vši pravděpodobností zapříčiněny použitým druhem kaolínu, který neměl na množení buněčné kultury pozitivní vliv.



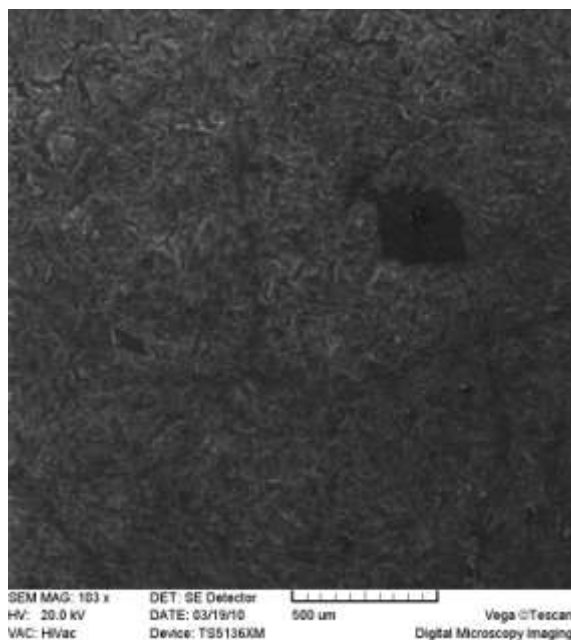
Obr. 96 Buněčná kultura se zvětšením
2 dílky = 50μm



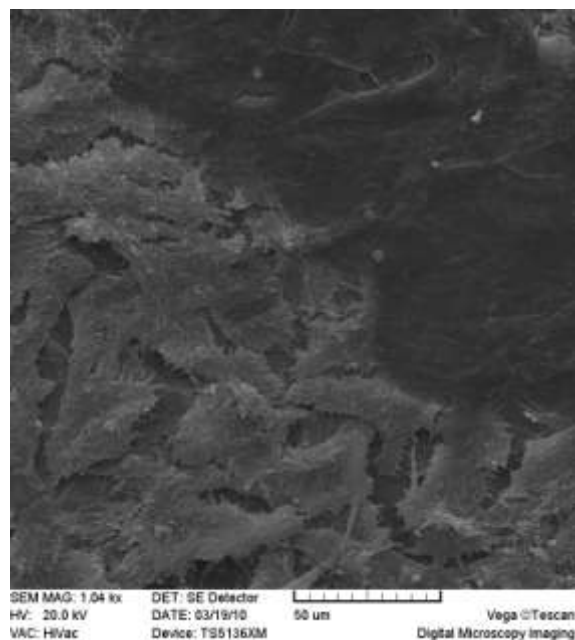
Obr. 97 Buněčná kultura se zvětšením
2 dílky = 10μm

12.7.6 Smalt základní kaolin T4 6%, Ti6Al4V

Na obr. 98, 99 a 100 je znázorněn povrch s místní nedokonalou buněčnou adherencí ke zkoumanému povrchu.

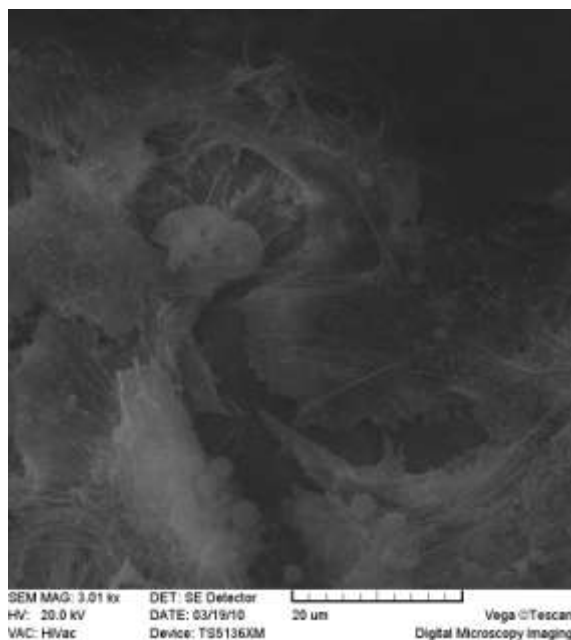


Obr. 98 *Buněčná kultura se zvětšením
2 dílky = 500 μ m*

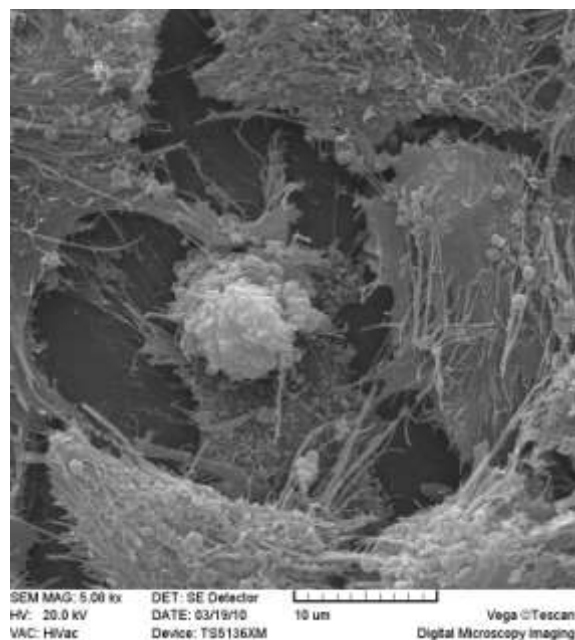


Obr. 99 *Buněčná kultura se zvětšením
2 dílky = 50 μ m*

Obr. 101 zobrazuje buňku vysílající „informace“ o povrchu, který svými vlastnostmi nesplňuje podmínky bioaktivity.



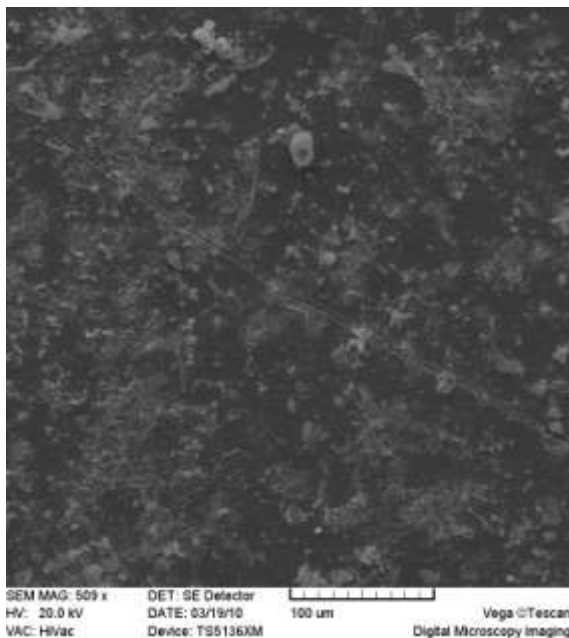
Obr. 100 *Buněčná kultura se zvětšením
2 dílky = 20 μ m*



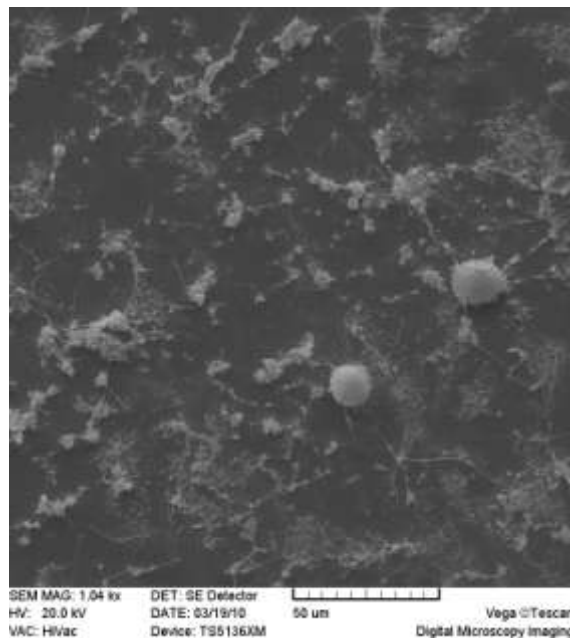
Obr. 101 *Buněčná kultura se zvětšením
2 dílky = 10 μ m*

12.7.7 Smalt základní kaolin T4 6%, smalt krycí kaolin T4 8%, Ti6Al4V

Snímky 102 a 103 zobrazují velmi špatný stav buněčné kultury nanesené na daném materiálu. Zkoumaný povrch nejeví žádné známky buněčné kultivace. Buněčná adherence je zde mizivá.

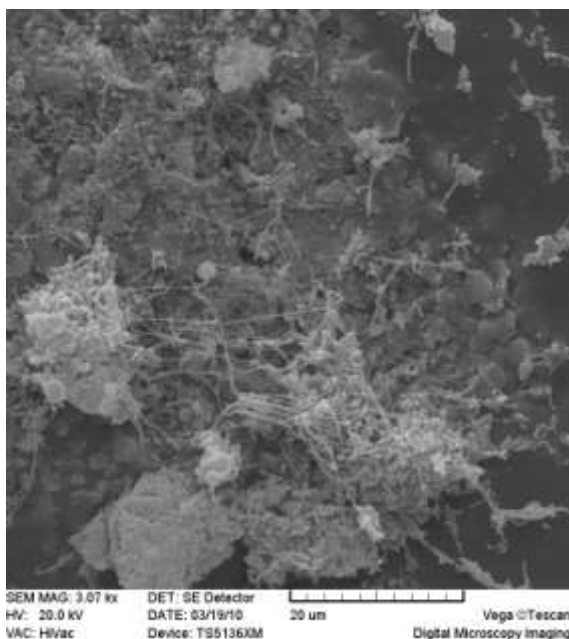


Obr. 102 *Buněčná kultura se zvětšením
2 dílky = 100 μm*

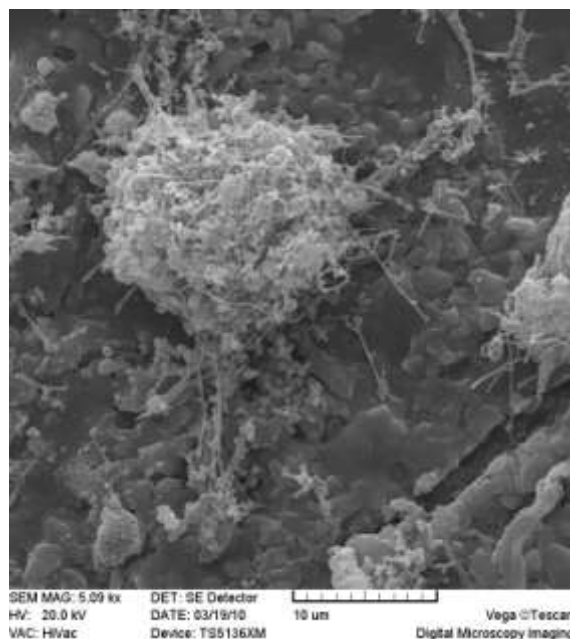


Obr. 103 *Buněčná kultura se zvětšením
2 dílky = 50 μm*

Obrázky 104 a 105 zaznamenávají pozůstatky odumřelých buněk, patologického charakteru.



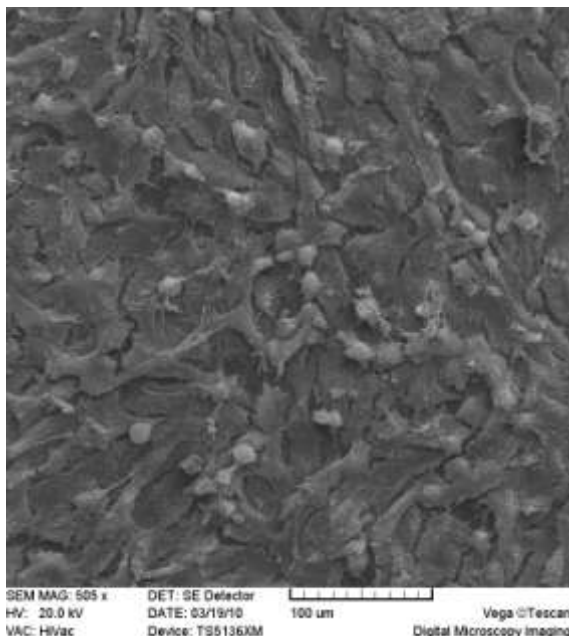
Obr. 104 *Buněčná kultura se zvětšením
2 dílky = 20 μm*



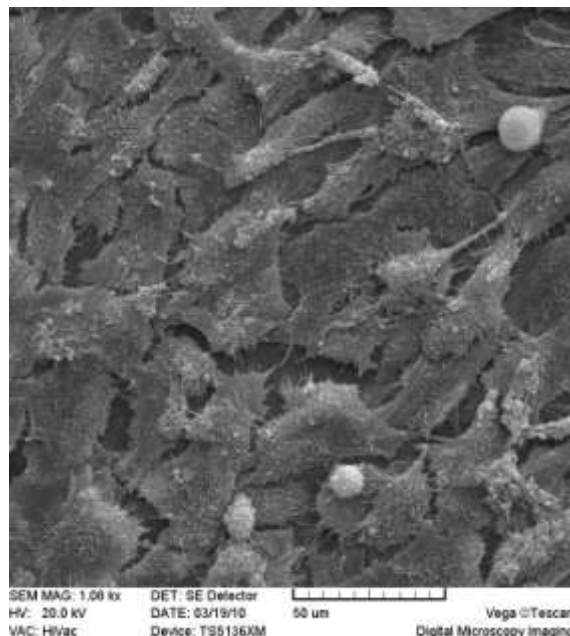
Obr. 105 *Buněčná kultura se zvětšením
2 dílky = 10 μm*

12.7.8 Smalt základní jemný jíl (F) 3%, Ti6Al4V

Obrázky 106 až 109 zachycují kvalitně rozprostřenou, tzv. konfluentní vrstvu. Rovněž jsou zde zaznamenány dostatečně rozprostřeny cytoplazmatické výběžky s kvalitně definovanými buněčnými prostory.

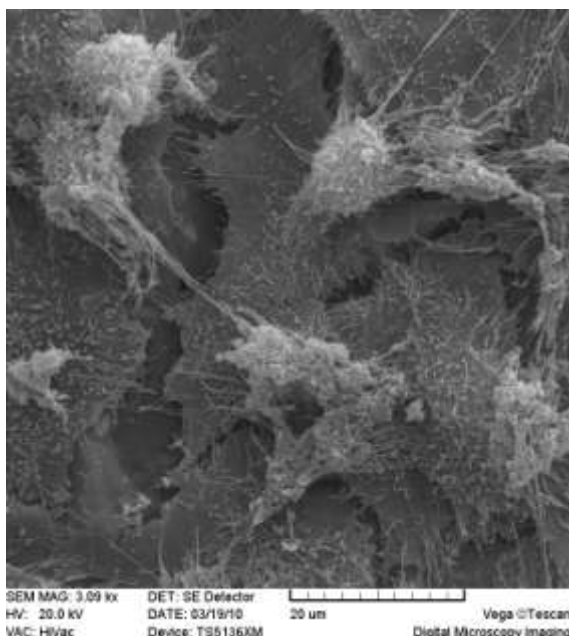


Obr. 106 *Buněčná kultura se zvětšením
2 dílky = 100 µm*

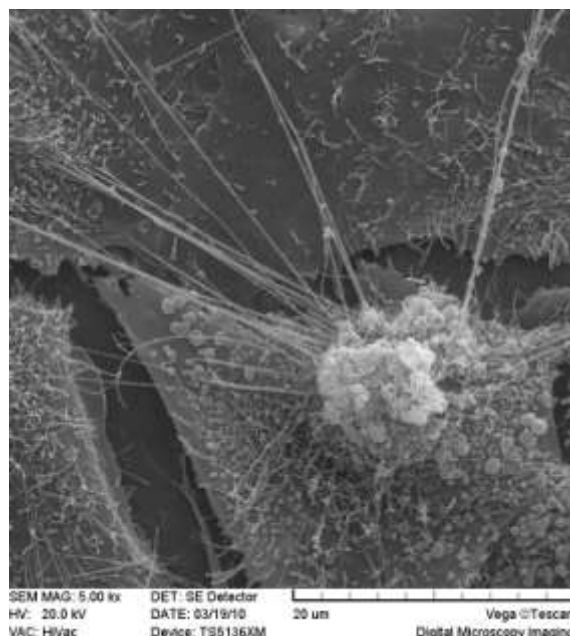


Obr. 107 *Buněčná kultura se zvětšením
2 dílky = 50 µm*

Buněčná kultura je na zkoumaném vzorku dostatečně rozprostřena a adherována k povrchu zkoumaného vzorku.



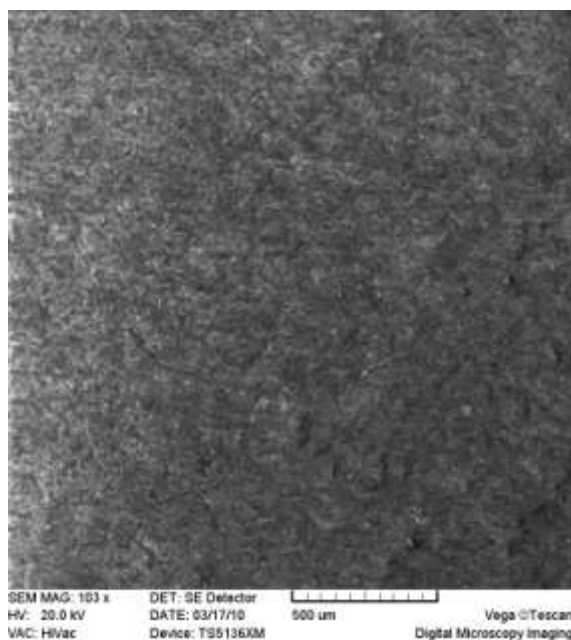
Obr. 108 *Buněčná kultura se zvětšením
2 dílky = 20 µm*



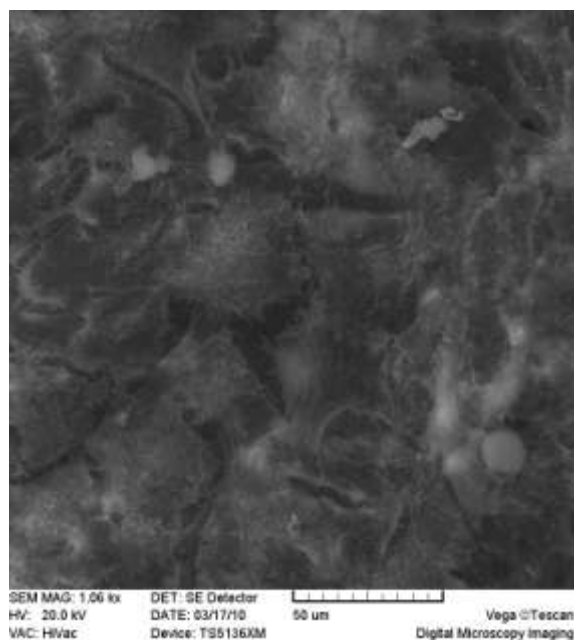
Obr. 109 *Buněčná kultura se zvětšením
2 dílky = 10 µm*

12.7.9 Smalt základní, klasický jíl 6%, Ti

Kontinuálně rozprostřená buněčná populace je zobrazena na obr. 110 a 111.

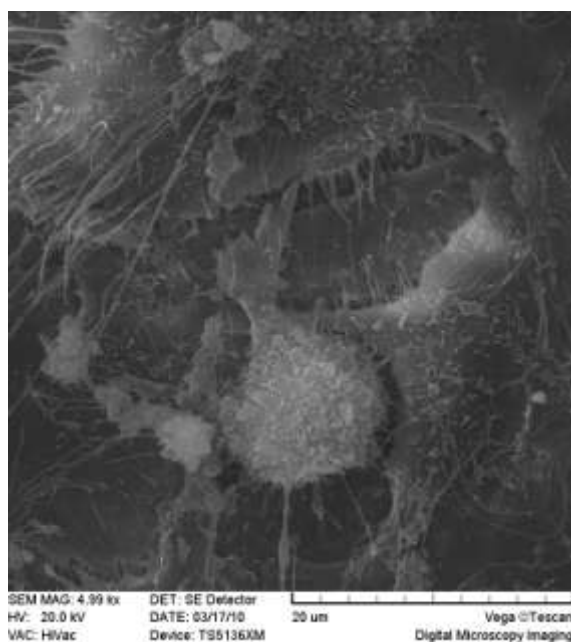


Obr. 110 *Buněčná kultura se zvětšením
2 dílky = 500 µm*

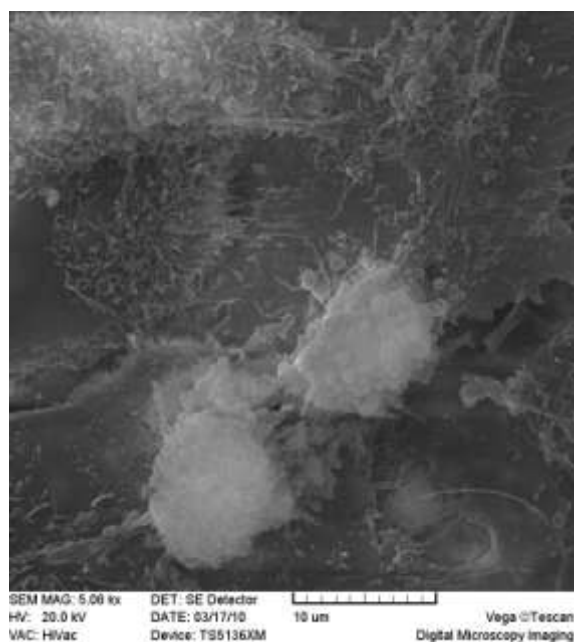


Obr. 111 *Buněčná kultura se zvětšením
2 dílky = 50 µm*

Obr. 112 a 113 zachycují funkci citoskeletu, pomocí něhož buňka prozkoumává okolí. V případě, že se v okolí buňky nachází prostředí, které ji nevyhovuje, buňka se stáhne a začne „prohledávat“ okolí jiným směrem.



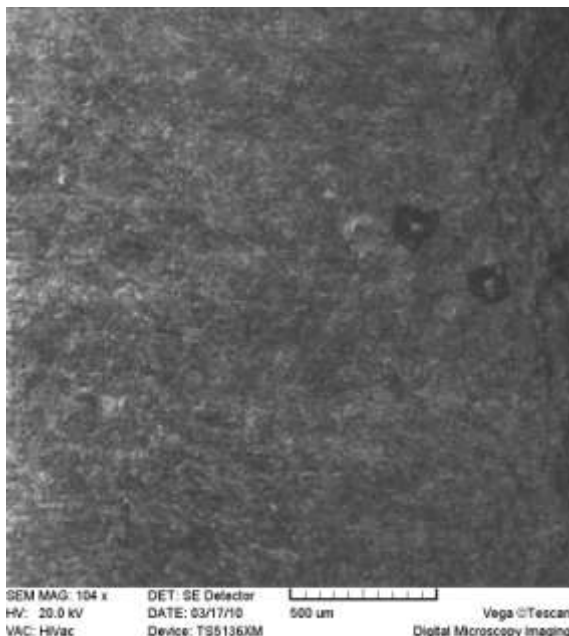
Obr. 112 *Buněčná kultura se zvětšením
2 dílky = 20 µm*



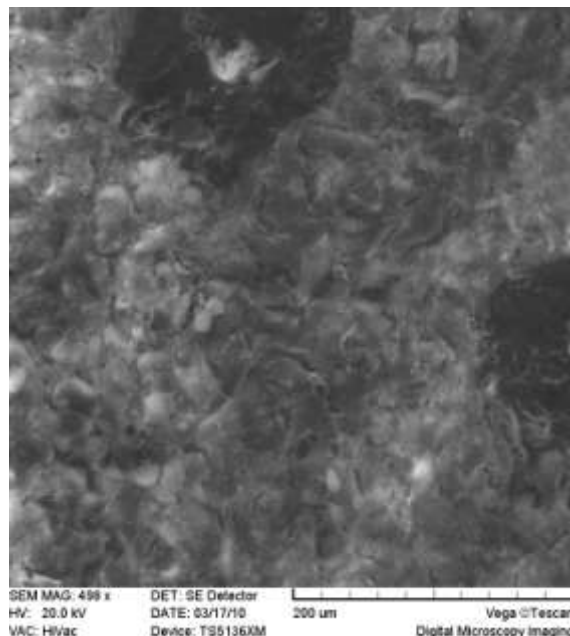
Obr. 113 *Buněčná kultura se zvětšením
2 dílky = 10 µm*

12.7.10 Smalt základní klasický jíl 6%, smalt krycí klasický jíl 8%, Ti

Obr. 114 zachycuje „ostrůvky“ které vznikly nepokrytím nanesené vrstvy smaltu buněčnou kulturou. Obr. 115 zobrazuje ve zvětšeném měřítku plochu neobsazenou buňkami, přičemž uprostřed této plošky se dá pozorovat odumírající buňka.

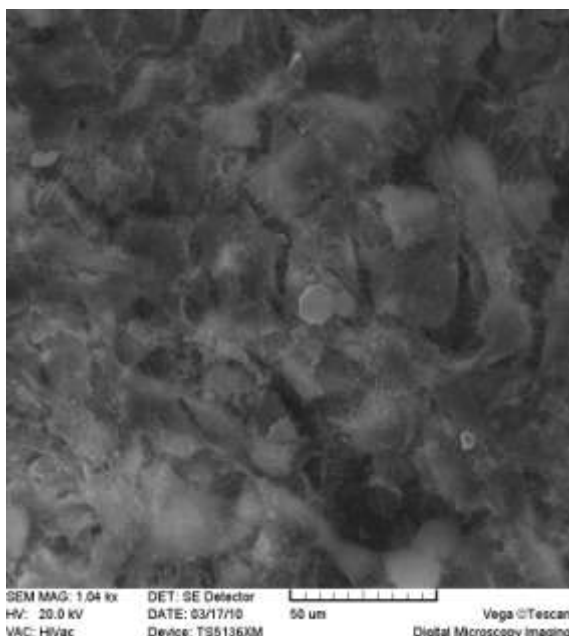


Obr. 114 *Buněčná kultura se zvětšením
2 dílky = 500 μm*

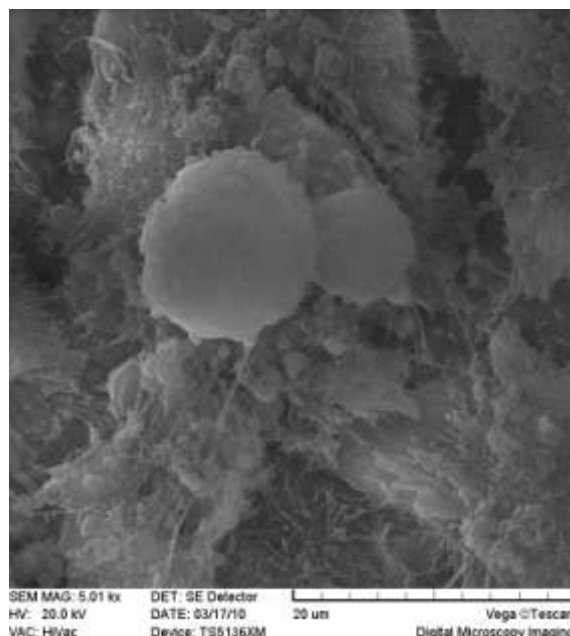


Obr. 115 *Buněčná kultura se zvětšením
2 dílky = 50 μm*

Obr. 116 a 117 zachycují odumírající buňku. Tento proces může být přirozený, nebo zapříčiněný nevhodným prostředím v místě zakotvení buňky.



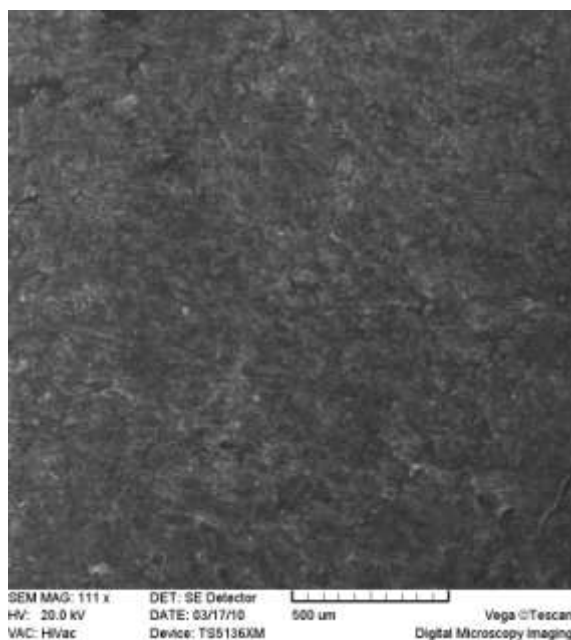
Obr. 116 *Buněčná kultura se zvětšením
2 dílky = 50 μm*



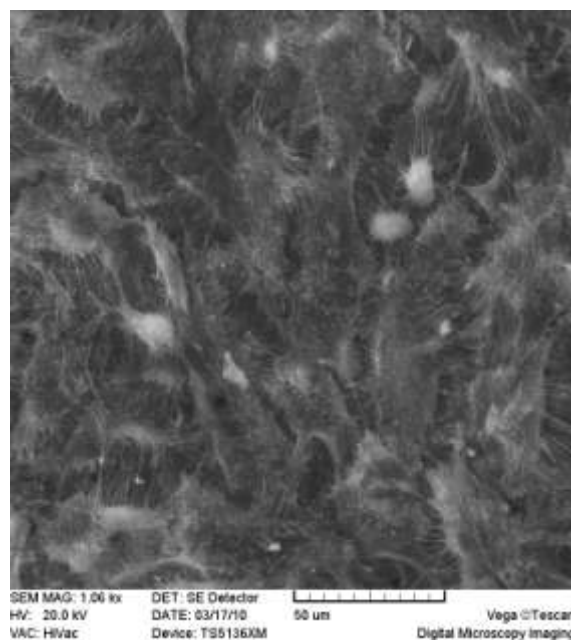
Obr. 117 *Buněčná kultura se zvětšením
2 dílky = 20 μm*

12.7.11 Smalt základní jemný jíl (F) 3%, smalt krycí, jíl jemný(F)6%, Ti

Obr. 118 zachycuje rozprostřenou kolonii po zkoumaném vzorku.

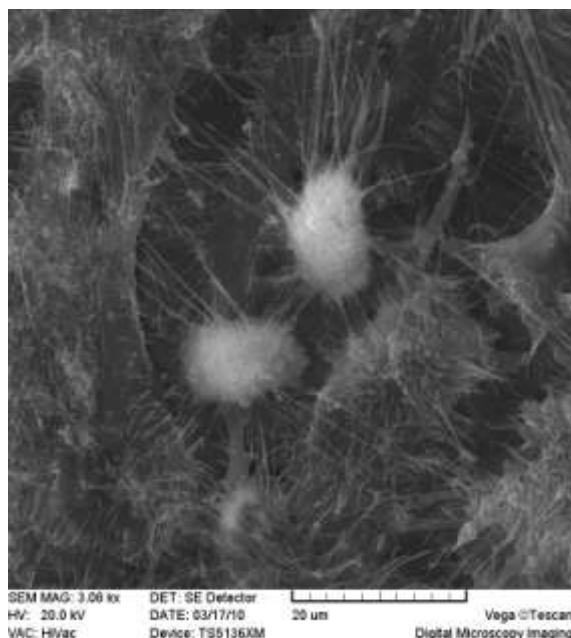


Obr. 118 *Buněčná kultura se zvětšením
2 dílky = 500 μ m*

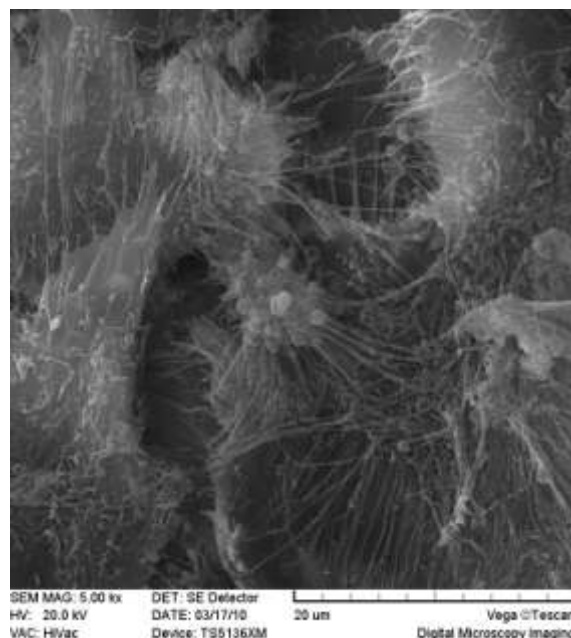


Obr. 119 *Buněčná kultura se zvětšením
2 dílky = 50 μ m*

Obr. 119 až 121 zachycují morfologické změny ve struktuře buněk. Vytváří se dlouhé a úzké kontakty mezi jednotlivými buňkami, což z biologického hlediska není dobré. Jedná se o tzv. adaptační reakci.



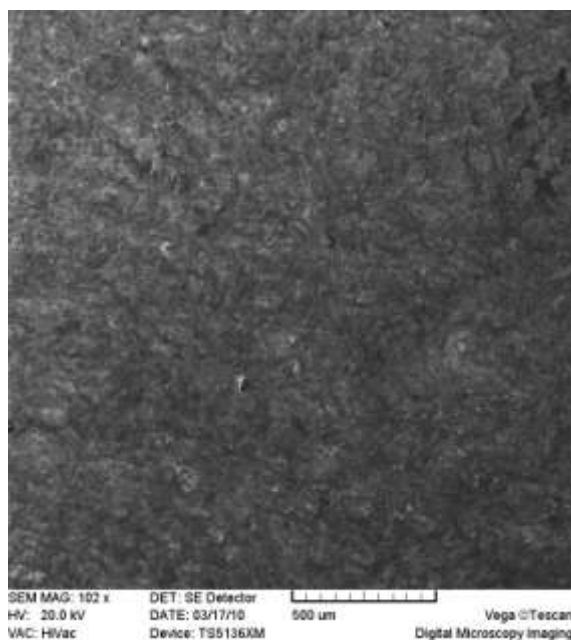
Obr. 120 *Buněčná kultura se zvětšením
2 dílky = 500 μ m*



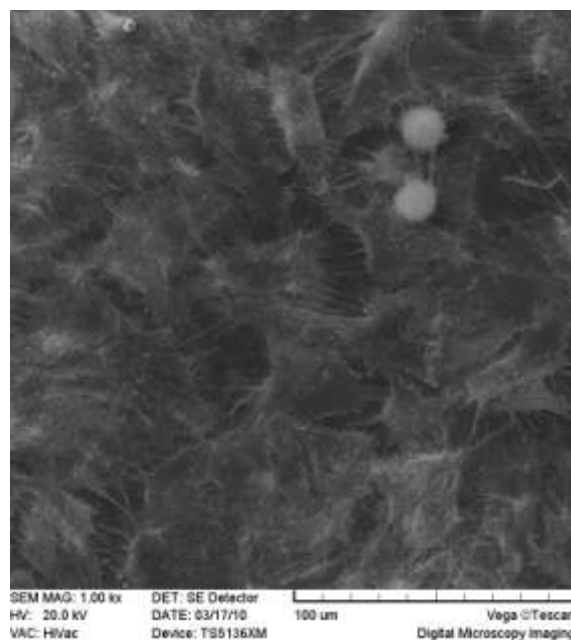
Obr. 121 *Buněčná kultura se zvětšením
2 dílky = 50 μ m*

12.7.12 Smalt základní, kaolin T3 6%, Ti

Na obr. 122 je znázorněná rozprostřená, nanesená buněčná kultura.

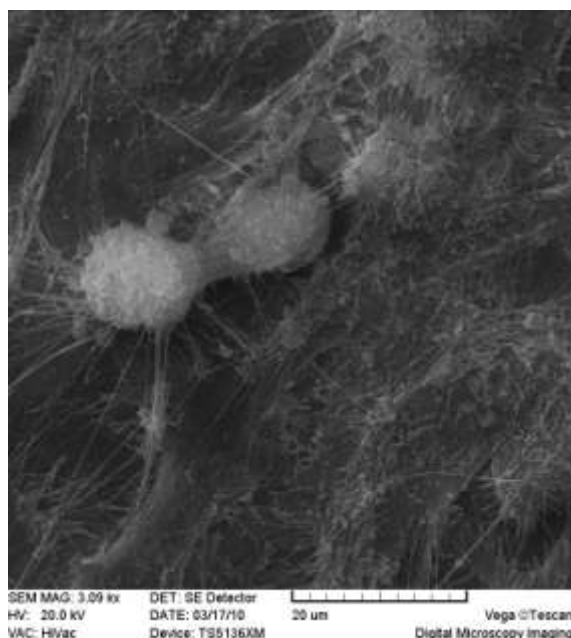


Obr. 122 *Buněčná kultura se zvětšením
2 dílky = 500 μ m*

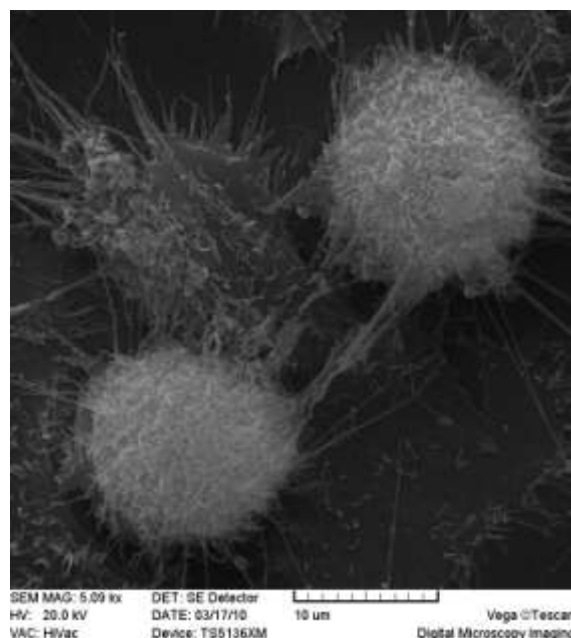


Obr. 123 *Buněčná kultura se zvětšením
2 dílky = 50 μ m*

Obr. 123 až 125 zachycují buňky po mitóze.



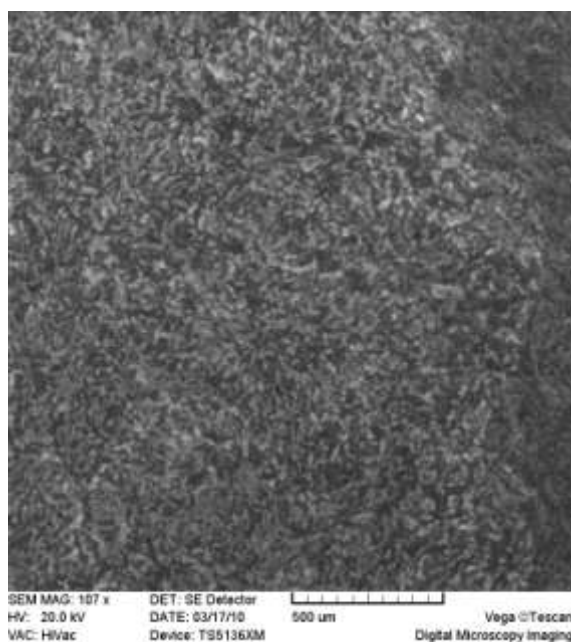
Obr. 124 *Buněčná kultura se zvětšením
2 dílky = 20 μ m*



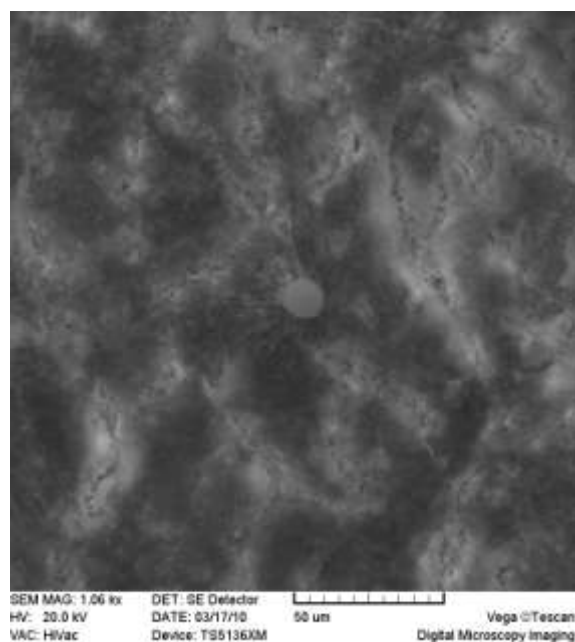
Obr. 125 *Buněčná kultura se zvětšením
2 dílky = 10 μ m*

12.7.13 Smalt základní kaolin T3 6%, smalt krycí kaolin T3 8%, Ti

Obr. 126 zachytává reakci části nanesené kolonie buněk na zkoumaný povrch. Tato reakce se na pořízené fotografii vyznačuje odlišným odstínem šedi.

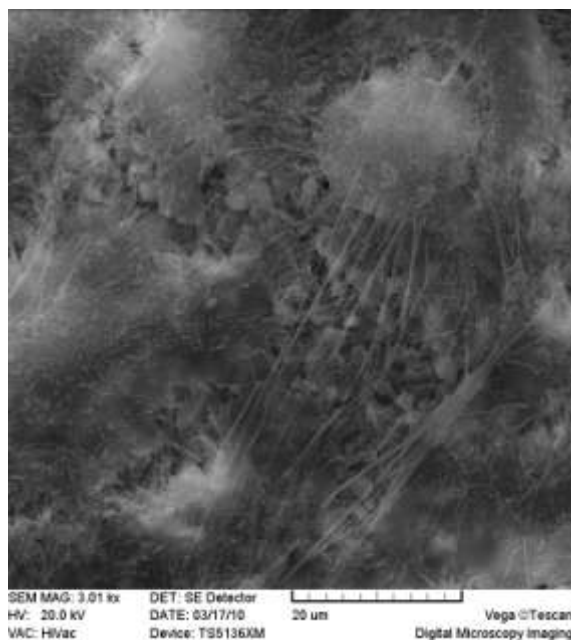


Obr. 126 *Buněčná kultura se zvětšením
2 dílky = 500 μ m*

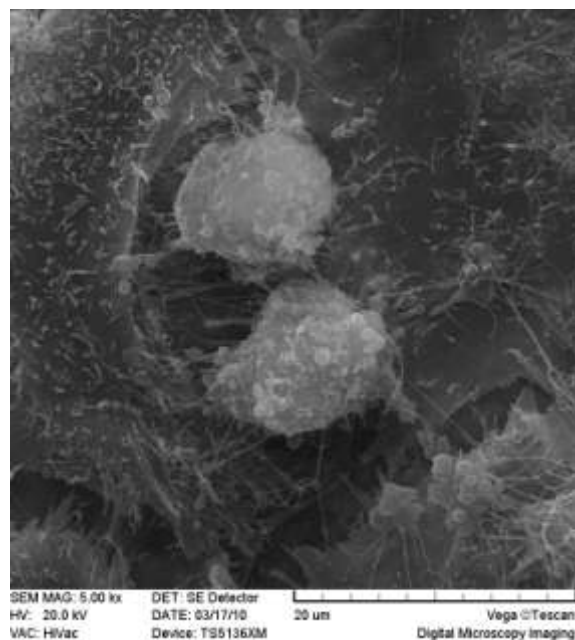


Obr. 127 *Buněčná kultura se zvětšením
2 dílky = 50 μ m*

Obr. 128 zobrazuje buňky větvcí se mezi sebou a na obr. 129 jsou zachyceny dvě stažené buňky, které jsou evidentně rezistentní k danému povrchu.



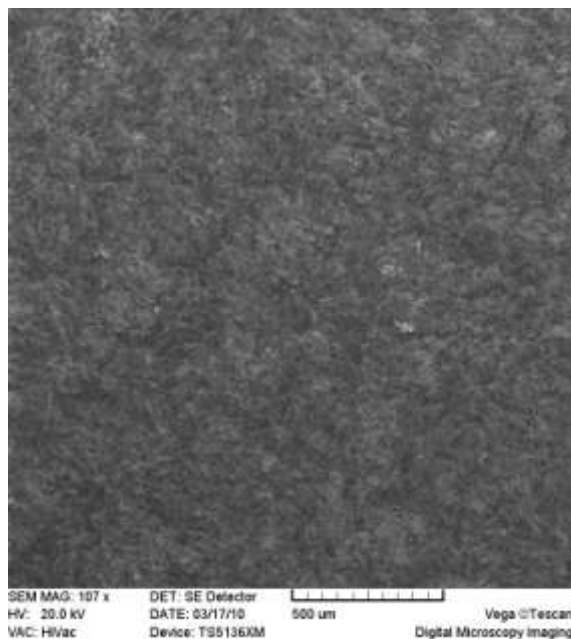
Obr. 128 *Buněčná kultura se zvětšením
2 dílky = 20 μ m*



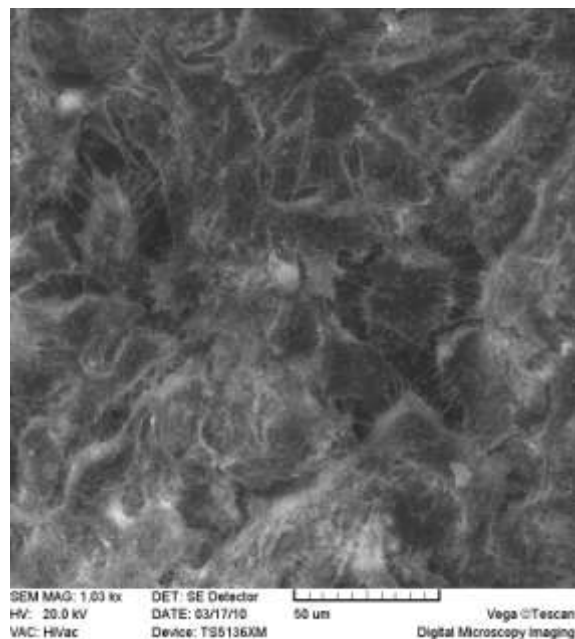
Obr. 129 *Buněčná kultura se zvětšením
2 dílky = 20 μ m*

12.7.14 Smalt základní kaolin T4 6%, smalt krycí kaolin T4 8%, Ti

Tato nanesená vrstva se vyznačuje dobrou buněčnou adherencí ke zkoumanému materiálu (viz obr. 130 a 131).

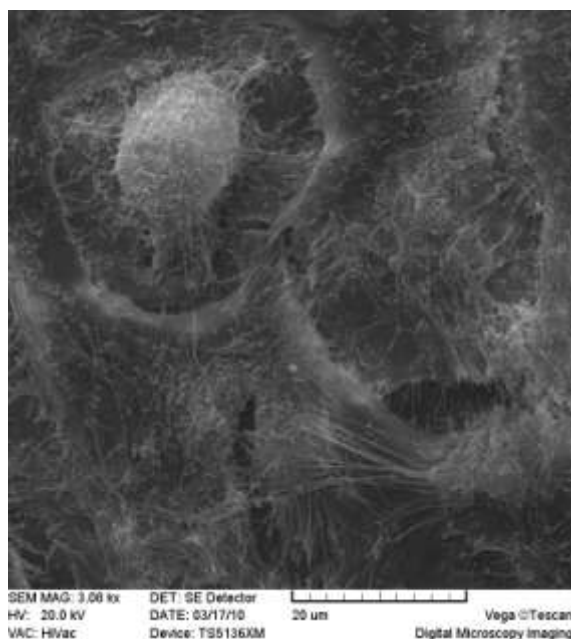


Obr. 130 *Buněčná kultura se zvětšením
2 dílky = 500 μ m*

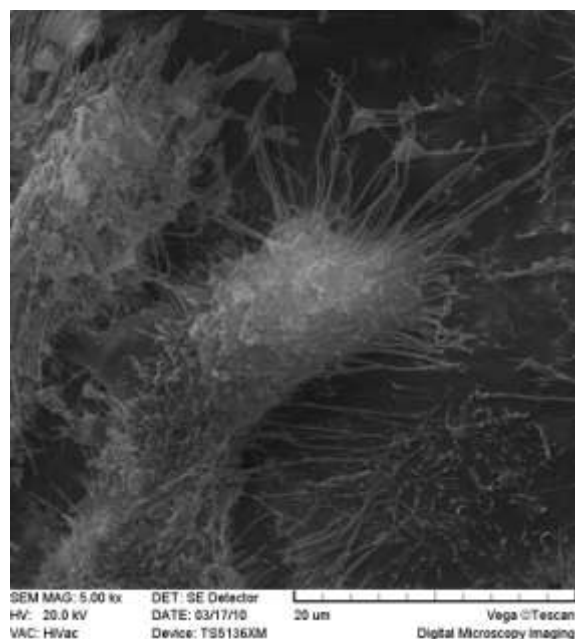


Obr. 131 *Buněčná kultura se zvětšením
2 dílky = 50 μ m*

Z obr. 132 a 133 jsou patrné určité morfologické atypie, jakož to reakce mezi substrátem a buňkou. Lze zde pozorovat úzké kontakty mezi buňkami sloužící pro výměny metabolické (přenos signálu a signalizace) a zároveň dlouhé, hrubé kontakty, sloužící pro prozkoumávání povrchu buňkou.



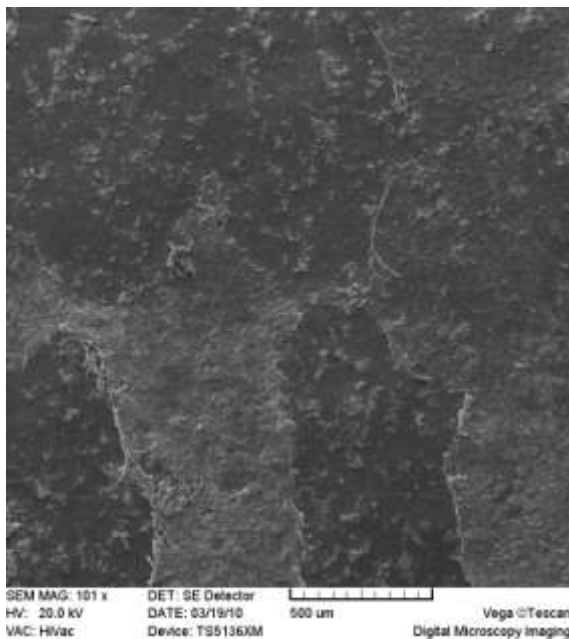
Obr. 132 *Buněčná kultura se zvětšením
2 dílky = 20 μ m*



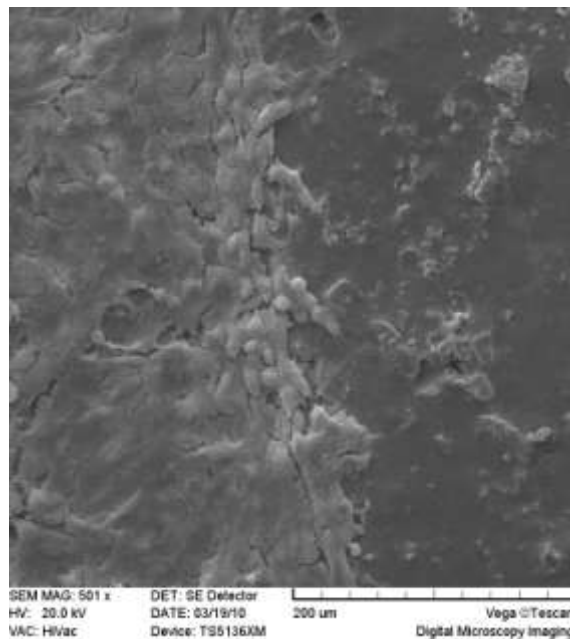
Obr. 133 *Buněčná kultura se zvětšením
2 dílky = 20 μ m*

12.7.15 Smalt základní jemný jíl (F) 3%, Ti

Na obrázcích (134 až 136) jsou zřetelně vidět vzniklé kolonie dané buněčné kultury. Je zde patrná různá reakce buněk na stejný materiál.

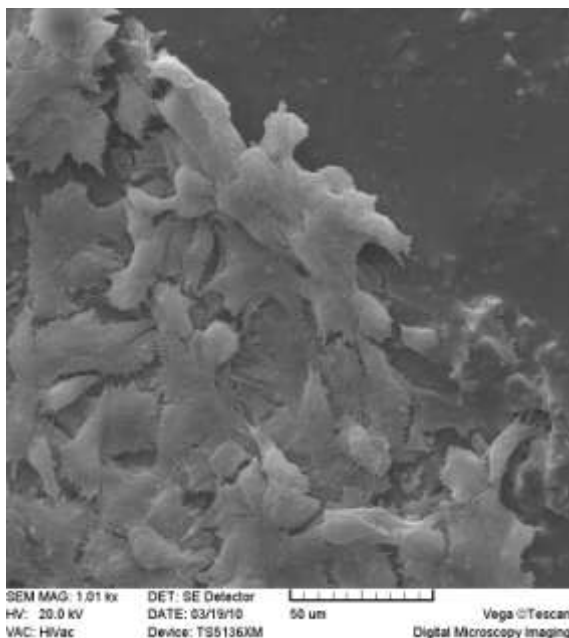


Obr. 134 *Buněčná kultura se zvětšením
2 dílky = 500 μ m*

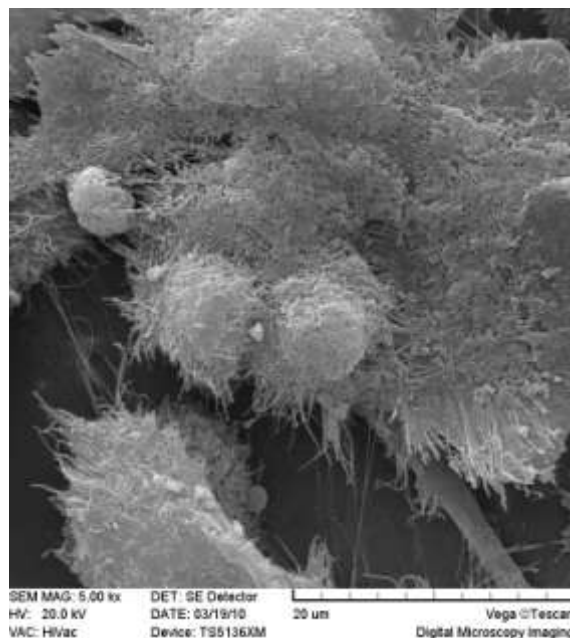


Obr. 135 *Buněčná kultura se zvětšením
2 dílky = 200 μ m*

Obr. 137 zachycuje odlišné morfologické změny oproti předchozím zkoumaným povrchům. Je zde patrná nižší hodnota zasítování mezi jednotlivými buňkami.



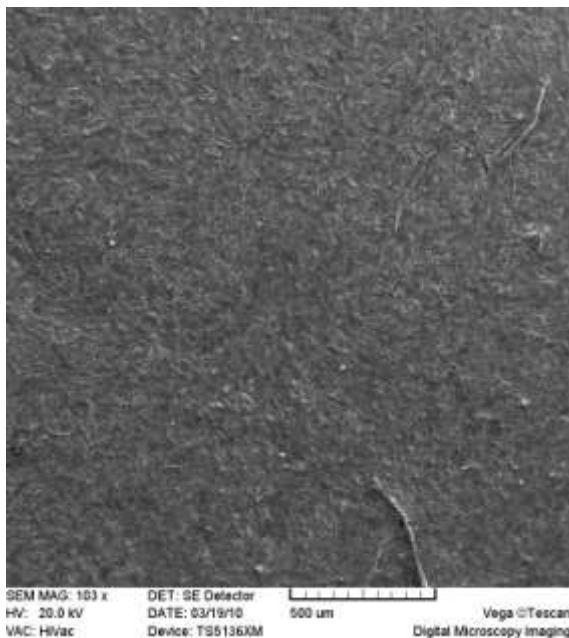
Obr. 136 *Buněčná kultura se zvětšením
2 dílky = 50 μ m*



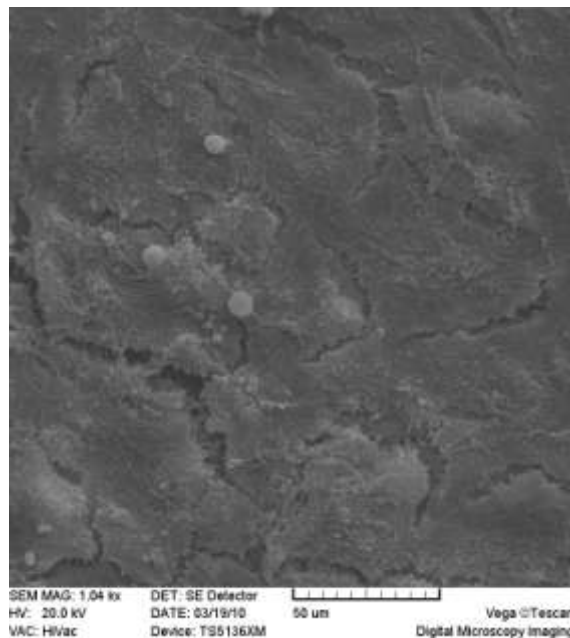
Obr. 137 *Buněčná kultura se zvětšením
2 dílky = 20 μ m*

12.7.16 Smalt základní kaolin T4 6%, Ti

Obrázky 138 až 141 zachycují kvalitně rozprostřenou, tzv. konfluentní vrstvu. Rovněž jsou zde zaznamenány dostatečně rozprostřeny cytoplazmatické výběžky s kvalitně definovanými buněčnými prostory.

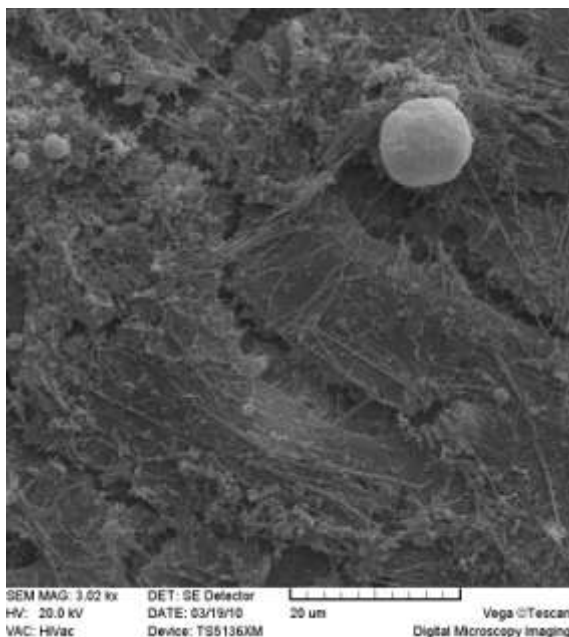


Obr. 138 *Buněčná kultura se zvětšením
2 dílky = 500µm*

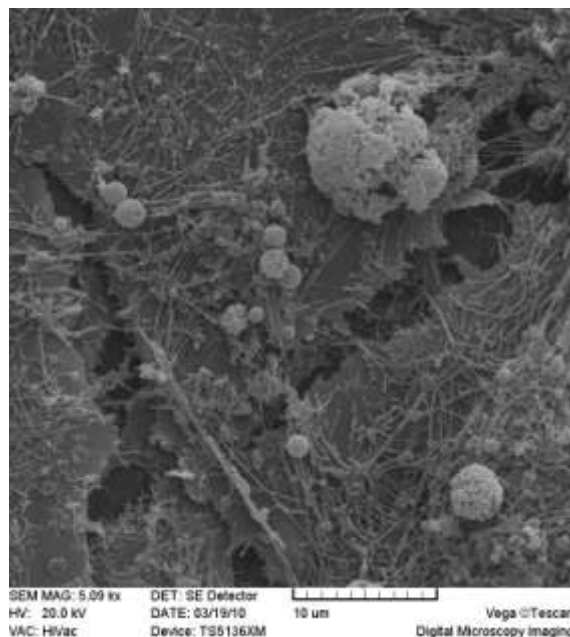


Obr. 139 *Buněčná kultura se zvětšením
2 dílky = 200µm*

Buněčná kultura je na zkoumaném vzorku dostatečně rozprostřena a adherována k povrchu zkoumaného vzorku.



Obr. 140 *Buněčná kultura se zvětšením
2 dílky = 500µm*



Obr. 141 *Buněčná kultura se zvětšením
2 dílky = 200µm*

13 Závěr

Znalost povrchu substrátu vyvinutého pro kontakt s biologickým prostředím je v dnešní době nedílnou součástí pro odvětví vědy zabývající se touto problematikou. V průmyslové praxi je v současnosti kladen velký důraz na výzkum, vývoj a popis vhodných vlastností substrátu pro kontakt s biologickým prostředím. Existuje řada vědních disciplín, které se zabývají studiem dějů probíhajících na povrchu těchto vyvinutých substrátů, hlavně z hlediska jejich bioaktivity na rozhraní kost - implantát.

V této diplomové práci se kladl důraz na prozkoumání povrchů a chemického složení základního bioinertního materiálu s cílem zvolit vhodný druh a složení sklokeramiky, která by nejlépe, svým složením a nanesením na základní materiál, pomohla podpořit bioaktivitu.

V první fázi se zkoumal povrch a chemické složení vzorků čistého titanu, bez povrchových úprav. V druhé fázi následoval důkladný rozbor vzorku skládající se ze slitiny titanu Ti6Al4V, který se následně brousil a kartáčoval. U obou těchto vzorků se zjistily povrchové nečistoty, které svým charakterem a chemickým složením odpovídaly chemickému složení obráběcího nože a brusiva, použitého v druhém případě.

Po důkladném očištění, se na obou druhích vzorků provedla zkouška povrchového napětí, s cílem zjistit smáčivost u obou materiálů. Naměřené hodnoty prokázaly dobrou přilnavost referenčních inkoustů.

Výroba a nanášení smaltéřské suspenze na vzorky probíhala ve dvou etapách. Jako první se nanasla a vypálila základní smalt s danými procentualními obsahy jílu. V druhé etapě, u vybraných vzorků, se na základní smalt nanasla krycí smalt s daným chemickým složením.

Posléze se na posmaltovaných vzorcích naměřily hodnoty drsnosti, které jsou rovněž důležité pro správnou kultivaci buněk na zkoumaných površích.

Nejdůležitější fází a výsledným produktem této práce je nanesení buněčné kultury MG – 63 na vypálené smalty a následné pozorování reakcí proteinu s povrchem vzorků. Zjistilo se, že povrchové nečistoty, ulpělé na základním materiálu před nasmlatováním, neměly na správnou kultivaci buněk vliv. Nanesené vrstvy smaltu zamezily tomu, aby tyto vměstky přišly do kontaktu s buněčnou kulturou a vyvolaly tak její kontaminaci.

Ze zkoumaných vzorků vyplynulo, že nejlepších výsledků, mající za následek velmi kvalitní kultivaci buněk, dosáhly dva vzorky, první je tvořen slitinou titanu

(Ti6Al4V), na jehož povrch byl nanesen smalt základní jemný s 3 % jílu (F) a druhý vzorek je tvořen čistým titanem na jehož povrch se nanasl smalt základní s 6 % kaolínu (T4). Nejhorších výsledku dosáhl vzorek ze slitiny titanu (Ti6Al4V) na jehož povrchu byl nanesen nejprve základní smalt se 6 % kaolinu (T4) a krycí smalt s 8 % kaolínu (T4).

Tato práce dokazuje, že směr výzkumu sklokeramických povlaků na bioinertních materiálech, je správný. K tomu, aby se na povrchu nejen udržely, ale i hojně množily buněčné kultury je sklokeramika materiál s velkým potenciálem.

Literatura

- [1] HNILICA, F.; VESELÝ, J. *Nové typy slitin titanu pro medicínské aplikace*. ČVUT Fakulta strojní, Ústav materiálového inženýrství, Karlovo nám. 13.
- [2] ŠIMÚNEK, A., et al. *Dentální implantologie*. 2. doplněné vydání. Hradec Králové: Nucleus HK, 2008. 296 s. ISBN 978-80-87009-30-7.
- [3] *Search.seznam.cz* [online]. 2007 [cit. 2010-01-29]. Nikl_titan.pdf. Dostupné z WWW: <http://www.ateam.zcu.cz/Nikl_titan.pdf>.
- [4] *Wikipedie* [online]. 1999 [cit. 2010-02-3]. Scanning electron microscope. Dostupné z WWW: <http://cs.wikipedia.org/wiki/Soubor:Scanning_electron_microscope.jp>
- [5] *Physics.mff.cuni.cz* [online]. 2000 [cit. 2010-02-5]. Skenovací elektronová mikroskopie. Dostupné z WWW: <<http://physics.mff.cuni.cz/vyuka/zfp/418a.pdf>>.
- [6] ČSN EN ISO 4287. *Geometrické požadavky na výrobky (GPS)*. [s.l.] : [s.n.], 1998. 22 s.
- [7] TICHÁ, Š. *Strojírenská metrologie : část I*. VŠB - TU Ostrava : [s.n.], 2008. 112 s. ISBN 978-80-248-0671-6.
- [8] *Gamin* [online]. 1999 [cit. 2010-02-18]. Povrchové napětí - fixy na testování povrchového napětí. Dostupné z WWW: <http://www.gamin.cz/katalog/merici-a-laboratorni-pristroje/priprava-povrchu-cistota/povrchove_napeti_fixy_na_testovani_povrchoveho_napeti>.
- [9] *Salum* [online]. 2003 [cit. 2010-02-10]. Měření povrchového napětí. Dostupné z WWW: <http://www.salum.cz/cz_press_mereni_povrchove_napeti.htm>.
- [10] PODJUKLOVÁ, J. *Studium vlastností systému kov – sklovitý smaltový povlak*. [s.l.], 2000. 180 s. Habilitační práce. VŠB - Technická univerzita Ostrava.
- [11] BÁRTEK, V. *Studium sklovitých smaltových povlaků pro kontakt s biologickým prostředím*. [s.l.], 2008. 94 s. Diplomová práce. VŠB - Technická univerzita Ostrava.
- [12] MENČÍK, J. *Pevnost a lom skla a keramiky*. Praha : SNTL, 1990. 150 s.
- [13] DIETZEL, A. *Was ist Email. Sprechsal Keram. Glass Email*. 1940. 63s
- [14] *StomaTeam* [online]. 1999 [cit. 2010-02-30]. Užití nanokrystalického hydroxyapatitu v dentální implantologii. Dostupné z WWW: <<http://www.stomateam.cz/index.php?clanek=177>>.

- [15] STRNAD, Z.; URBAN, Z. Bioaktivní sklokeramika nahrazující kost. *Neživé náhrady srůstající s živou tkání* [online]. 2000, 79, [cit. 2010-03-20]. Dostupný z WWW: <<http://www.vesmir.cz/clanek/bioaktivni-sklokeramika-nahrazujici-kost>>.
- [16] *Lasak* [online]. 2005 [cit. 2010-03-21]. Bio povrch. Dostupné z WWW: <<http://www.lasak.cz/?t=impladent-sti-bio>>.
- [17] *Wikipedie* [online]. 1999 [cit. 2010-03-27]. Kolagen. Dostupné z WWW: <<http://cs.wikipedia.org/wiki/Kolagen>>.
- [18] *Wikipedie* [online]. 1999 [cit. 2010-04-30]. Osteoblast. Dostupné z WWW: <<http://cs.wikipedia.org/wiki/Osteoblast>>.
- [19] *Wikipedie* [online]. 1999 [cit. 2010-04-30]. Osteoklast. Dostupné z WWW: <<http://cs.wikipedia.org/wiki/Osteoklast>>.
- [20] *Wikipedie* [online]. 1999 [cit. 2010-04-30]. Buněčné dělení. Dostupné z WWW: <http://cs.wikipedia.org/wiki/Soubor:Three_cell_growth_types.png>.
- [21] *Wikipedie* [online]. 1999 [cit. 2010-04-30]. Mitóza. Dostupné z WWW: <<http://cs.wikipedia.org/wiki/Mit%C3%99za>>.
- [22] *indi.ca* [online]. 2003 [cit. 2010-04-30]. Mitosis Under The Microscope. Dostupné z WWW: <<http://indi.ca/2004/04/mitosis-under-the-microscope/>>.
- [23] *Wikipedie* [online]. 2000 [cit. 2010-04-11]. Eukaryotická buňka. Dostupné z WWW: <http://cs.wikipedia.org/wiki/Eukaryotick%C3%A1_bu%C5%88ka>.
- [24] OSTRÓ, A.; LEŠNÍK, F. *Biologické aspekty regenerační medicíny*. Olomouc : Nakladatelství Olomouc, 2008. 228 s. ISBN 978-80-7182-250-9.
- [25] *I-zuby.cz* [online]. 2003 [cit. 2010-04-13]. Dentální implantáty – dnes již běžné ošetření. Dostupné z WWW: <<http://www.i-zuby.cz/dentalni-implantaty/dentalni-implantaty--dnes-jiz-bezne-osetreni/>>.
- [26] *Comfortdent* [online]. 2005 [cit. 2010-03-11]. Implantáty - plnohodnotná náhrada chybějících nebo poškozených zubů . Dostupné z WWW: <<http://www.comfortdent.eu/implantaty/>>.
- [27] *JPS* [online]. 2005 [cit. 2010-03-25]. Dentální výrobky. Dostupné z WWW: <http://www.jps.cz/AstraTech_vlastnosti_systemu>.